N° d'ordre 73-67

THÈSE

présentée

A L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE DE GRENOBLE

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

PAR

Michel BRUEL
Ingénieur I.R.G. et Génie Atomique

Étude et réalisation d'un système d'analyse associant la pulvérisation par faisceau d'ions aux techniques des réactions nucléaires. Applications.

Soutenue le 30 Avril 1973, devant la Commission d'Examen

JURY

MM. A. MOUSSA	*Président*
R. BOUCHEZ J.P. LONGEQUEUE R. GERBIER E. LIGEON	*Examinateurs*

N° d'ordre

THÈSE

présentée

A L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE DE GRENOBLE

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

PAR

Michel BRUEL

Ingénieur I.R.G. et Génie Atomique

Étude et réalisation d'un système d'analyse associant la pulvérisation par faisceau d'ions aux techniques des réactions nucléaires. Applications.

Soutenue le 30 Avril 1973, devant la Commission d'Examen

JURY

MM. A. MOUSSA — *Président*

R. BOUCHEZ
J.P. LONGEQUEUE
R. GERBIER
E. LIGEON
— *Examinateurs*

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE
ET MEDICALE DE GRENOBLE

LISTE DES PROFESSEURS

Président : Monsieur Michel SOUTIF
Vice-Président : Monsieur Gabriel CAU

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AUBERT Guy	Physique
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BERNARD Alain	Mathématiques Pures
	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques Pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrométallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques Appliquées
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISSONNEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques Pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique
	CHENE Marcel	Chimie papetière
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DESRE Pierre	Métallurgie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale
	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphiligraphie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique
	FELICI Noël	Electrostatique

MM.	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALLISSOT François	Mathématiques Pures
	GALVANI Octave	Mathématiques Pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GEINDRE Michel	Electroradiologie
	GERBER Robert	Mathématiques Pures
	GIRAUD Pierre	Géologie
	KLEIN Joseph	Mathématiques Pures
Mme	KOFLER Lucie	Botanique et Physiologie végétale
MM.	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques Pures
	KRAVTCHENKO Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques Appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LOUP Jean	Géographie
Mle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques Pures
	MALGRANGE Bernard	Mathématiques Pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Seméiologie médicale
	MASSEPORT Jean	Géographie
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du Solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques Pures
	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	PILLET Emile	Physique Industrielle
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique Industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIF Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLAND François	Zoologie
	VALENTIN Jacques	Physique Nucléaire
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
Mme	VEYRET Germaine	Géographie
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	BULLEMER Bernhard	Physique
	HANO JUN-ICHI	Mathématiques Pures
	STEPHENS Michaël	Mathématiques Appliquées

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM.	BEAUDOING André	Pédiatrie
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
MM.	BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques appliquées
	BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
	BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
Mme	BONNIER Jane	Chimie générale
MM.	CARLIER Georges	Biologie végétale
	COHEN Joseph	Electrotechnique
	COUMES André	Radioélectricité
	DEPASSEL Roger	Mécanique des Fluides
	DEPORTES Charles	Chimie minérale
	GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GERMAIN Jean Pierre	Mécanique
	GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
	GLENAT René	Chimie organique
	HACQUES Gérard	Calcul numérique
	JANIN Bernard	Géographie
Mme	KAHANE Josette	Physique
MM.	MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
	PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et minéralogie
	POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
	REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
	REVOL Michel	Urologie
	REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
	ROBERT André	Chimie papetière
	DE ROUGEMONT Jacques	Neurochirurgie
	SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
	SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
	SIBILLE Robert	Construction Mécanique
	SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme	SOUTIF Jeanne	Physique générale

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mle	AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
	ALARY Josette	Chimie analytique
MM.	AMBLARD Pierre	Dermatologie
	AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
	ARMAND Yves	Chimie
	BEGUIN Claude	Chimie organique
	BELORIZKY Elie	Physique
	BENZAKEN Claude	Mathématiques Appliquées
	BILLET Jean	Géographie
	BLIMAN Samuel	Electronique (EIE)
	BLOCH Daniel	Electrotechnique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM.	BOUCHET Yves	Anatomie
	BOUVARD Maurice	Mécanique des Fluides

MM.	BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
	BRUGEL Lucien	Energétique
	BUISSON Roger	Physique
	BUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique
	COULOMB Max	Radiologie
	CROUZET Guy	Radiologie
	DURAND Francis	Métallurgie
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	ETERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	GENSAC Pierre	Botanique
	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michaël	Mathématiques Appliquées
	GROULADE Joseph	Biochimie médicale
	HOLLARD Daniel	Hématologie
	HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
	IDELMAN Simon	Physiologie animale
	IVANES Marcel	Electricité
	JALBERT Pierre	Histologie
	JOLY Jean-René	Mathématiques Pures
	JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
	JULLIEN Pierre	Mathématiques Pures
	KAHANE André	Physique générale
	KUHN Gérard	Physique
	LACOUME Jean-Louis	Physique
Mme	LAJZEROWICZ Jeanninе	Physique
MM.	LANCIA Roland	Physique atomique
	LE JUNTER Noël	Electronique
	LEROY Phillippe	Mathématiques
	LOISEAUX Jean-Marie	Physique Nucléaire
	LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique Nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie Organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MAGNIN Robert	Hygiène et Médecine préventive
	MARECHAL Jean	Mécanique
	MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
	MAYNARD Roger	Physique du Solide
	MICHOULIER Jean	Physique (I.U.T. "A")
	MICOUD Max	Maladies Infectieuses
	MOREAU René	Hydraulique (INP)
	NEGRE Robert	Mécanique
	PARAMELLE Bernard	Pneumologie
	PECCOUD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PFISTER Jean-Claude	Physique du Solide
	PHELIP Xavier	Rhumatologie
Mle	PIERY Yvette	Biologie animale

MM.	RACHAIL Michel	Médecine Interne
	RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
	RENAUD Maurice	Chimie
	RICHARD Lucien	Botanique
Mme	RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire
MM.	ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
	SHOM Jean Claude	Chimie Générale
	STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
	STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
	VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques Appliquées
	VEILLON Gérard	Mathématiques Appliquées (INP)
	VIALON Pierre	Géologie
	VOOG Robert	Médecine Interne
	VROUSSOS Constantin	Radiologie
	ZADWORNY François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM.	BOUDOURIS Georges	Radioélectricité
	CHEEKE John	Thermodynamique
	GOLDSCHMIDT Hubert	Mathématiques
	SIDNEY STUARD	Mathématiques Pures
	YACOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme	BERIEL Hélène	Physiologie
Mme	RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Fait le 30 Mai 1972

A mes Parents

A ma Femme

A mon Fils

REMERCIEMENTS

Cette étude a été réalisée dans le Laboratoire de Physique Nucléaire du Département de Recherche Fondamentale du C.E.N./G.

Je remercie Monsieur le Professeur A. MOUSSA d'avoir accepté de présider le jury de cette thèse.

Que Monsieur le Professeur R. BOUCHEZ trouve ici l'expression de ma reconnaissance pour m'avoir accueilli dans son Laboratoire.

Je suis profondément reconnaissant à Messieurs J.P. LONGEQUEUE, Maître de Conférences à la Faculté des Sciences de Grenoble et R. GERBIER, Adjoint au Directeur du C.E.N./G, d'avoir accepté de participer à ce jury.

Je remercie Monsieur E. LIGEON, Ingénieur responsable du Groupe "Particules Chargées", pour l'aide et les conseils qu'il m'a apportés. Que tous mes collègues du groupe sachent que je n'oublie pas leurs multiples collaborations.

Que les membres des laboratoires de Physique Nucléaire et des Accélérateurs, qui m'ont sous diverses formes apporté une aide précieuse, trouvent ici mes remerciements.

Je remercie Monsieur BLANCHARD et les membres du Laboratoire de l'Analyseur Ionique pour l'aide et la collaboration qu'ils m'ont apportées.

Je remercie particulièrement Monsieur J.L. COMBASSON pour sa collaboration et les entretiens fructueux que nous avons eus.

Madame PETIT, secrétaire du Laboratoire de Physique Nucléaire, trouvera ici l'expression de ma gratitude pour la diligence et l'efficacité, dont elle a fait preuve pour la reproduction de mon manuscrit.

TABLES DES MATIERES

Pages

Chapitre I - INTRODUCTION. 1

Chapitre II - ANALYSE PAR REACTIONS NUCLEAIRES - TRACE DE PROFIL 3

II.1. - Propriétés de l'analyse 3
II.2. - Méthodes du tracé de profil 5
a)- Déformation du spectre énergétique des particules émises. 5
b)- Tracé de la courbe d'excitation au voisinage d'une résonnance étroite 6
c)- Critique de ces deux méthodes 6
d)- Méthode abrasion-comptage 7
e)- Notre choix 8

Chapitre III - PULVERISATION IONIQUE - SPUTTERING 10

III.1. - Historique. 10
III.2. - Applications actuelles du phénomène de pulvérisation. 11
III.3. - Caractères de la pulvérisation. 11
III.4. - Mécanisme du phénomène. 15

Chapitre IV - DESCRIPTION DE L'ENSEMBLE EXPERIMENTAL. 20

IV.1. - Accélérateur d'ions 20
IV.2. - Chambre à cibles. 20
IV.3. - Le canon à ions 21

Chapitre V - ETUDE DU SYSTEME 24

V.1. - Etude du vide 24
V.1.1. Système de pompage principal. 24
V.1.2. Pompage ionique par pulvérisation 26
a)- Rappel. 26
b)- Notre dispositif de pompage ionique 27
c)- Efficacité du dispositif. 28
V.1.3. Piégeage à la température de l'azote liquide. . 29
V.1.4. Analyse des gaz résiduels 30
a)- Pompage principal 32
b)- Pompage principal + pompage ionique 33
c)- Pompage principal + piégeage à la température de l'azote liquide. 35
d)- Conclusion. 36
V.2. - Canon à ions. 37
V.2.1. Introduction. 37
V.2.2. Etude de la source. 38
V.2.2.1. Rappel. 38
V.2.2.2. Les collisions dans la source 39
a)- collisions élastiques 39
b)- collisions inélastiques 40

V.2.2.3. Etude de la source à pression constante. . 44
a)- étude à champ magnétique constant. . . 44
b)- influence du champ magnétique 48
c)- justification de ces résultats. 52
d)- caractéristiques I(B) à V = cte 56
e)- synthèse des résultats acquis 57
V.2.2.4. Etude du fonctionnement en fonction de la pression. 59
V.2.3. Extraction du faisceau. 61
V.2.3.1. Variation du courant extrait. 62
V.2.3.2. Charge d'espace 64
V.2.3.3. Géométrie du faisceau 67
V.2.3.4. Composition du faisceau 69
a)- détermination de la quantité $\phi_o.S(E_o)$ 70
b)- analyse des rapports q/M. 72
V.2.3.5. Mesure du courant du sous-faisceau. 79
V.2.4. Remarques 81
a)- Remarque sur la relation entre l'homogénéité de faisceau et la configuration source . 81
b)- Instabilités. 82
c)- Dispersion énergétique du faisceau extrait. 83
V.2.5. Conclusion sur l'étude du canon à ions. 84

Chapitre VI - EXPLOITATION DU SYSTEME - METHODE EXPERIMENTALE RESULTATS 85

VI.1. - Méthode 85
VI.1.1. Les deux méthodes envisageables 85
a)- Tracé de profil par analyse du dépôt collecté 85
b)- Tracé de profil par analyse du substrat abrasé. 86
VI.1.2. Méthode abrasion-comptage 86
a)- L'information fournie par l'analyse nucléaire. 86
b)- L'information fournie par l'analyse nucléaire et l'abrasion. 88
c)- Exploitation mathématique 89
VI.2. - Applications. 94
VI.2.1. Abrasion - Forme et linéarité 94
VI.2.2. Profil de bore. 96
a)- Analyse nucléaire 96
b)- Profils de Bore dans le Silicium (diffusion) 96
c)- Profils de Bore implanté. 97
VI.2.3. Diffusion de Phosphore. 102
a)- Analyse nucléaire 102
b)- Relevé de profils de diffusion de Phosphore dans le Silicium. 105
VI.2.4. Diffusion de l'oxygène dans les métaux. 106

Chapitre VII - CONCLUSION 108

VII.1. - Apport de la méthode. 108
VII.2. - Développement de la méthode 109

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES. 112

ETUDE ET REALISATION D'UN SYSTEME D'ANALYSE
ASSOCIANT LA PULVERISATION PAR FAISCEAU D'IONS AUX
TECHNIQUES DES REACTIONS NUCLEAIRES
APPLICATIONS

CHAPITRE I

INTRODUCTION

On est souvent amené à mesurer la répartition spatiale d'un élément contenu dans un substrat ; par exemple, en microélectronique, il est important de connaître la distribution des impuretés dopantes. La micro-analyse par réactions nucléaires permet de réaliser de telles mesures avec rapidité et précision. Sa sensibilité est comparable (ou supérieure dans certains cas) à celle des autres méthodes.

La mesure par réactions nucléaires dans une couche mince (épaisseur de l'ordre du micron) donne directement la quantité d'impuretés réparties dans l'épaisseur de la couche ; en effet, sur une profondeur faible devant le parcours des particules incidentes, la section efficace de la réaction nucléaire utilisée varie peu (sauf si l'énergie choisie correspond à une résonnance étroite) et par conséquent l'information recueillie provient de tous les atomes d'impuretés situés dans l'épaisseur de la couche mince. Aussi les réactions nucléaires constituent une méthode particulièrement bien adaptée à la mesure d'impuretés réparties suivant la surface d'un échantillon (cartographie).

Les réactions nucléaires permettent de déterminer la répartition en profondeur de l'élément analysé (profil de concentration). Cette mesure nécessite un traitement mathématique des informations fournies par l'analyse nucléaire. Ainsi, le tracé d'un profil par la méthode utilisant la déformation du spectre d'énergie des particules sortantes, par la méthode utilisant le tracé de le courbe d'excitation au voisinage d'une résonnance étroite, par la méthode d'abrasion-comptage, nécessite la déconvolution de la courbe expérimentale obtenue.

Comme l'analyse par réactions nucléaires offre une grande sensibilité pour l'analyse des noyaux légers, permet l'utilisation de traceurs isotopiques, détermine les éléments sans ambiguïté grâce au bilan énergétique souvent élevé des réactions nucléaires utilisées, et permet de mesurer la concentration d'une impureté indépendamment du substrat et des liaisons chimiques existant entre elle et le substrat, nous avons développé une méthode générale permettant le tracé de profils de concentration au moyen de l'analyse par réactions nucléaires.

Dans une première partie (Chapitres II et III) nous rappelons les caractères de l'analyse par réactions nucléaires, les diverses méthodes permettant le tracé d'un profil de concentration, ainsi que les caractères de la pulvérisation ionique. L'intérêt de la méthode d'abrasion-comptage réalisée par abrasion ionique est ainsi mis en évidence et justifie le choix que nous avons fait de cette méthode.

Dans une deuxième partie (Chapitres IV et V) nous étudions les caractéristiques et les possibilités offertes par notre ensemble expérimental associant un faisceau d'ions lourds de basse énergie (système abraseur) à un faisceau d'accélérateur Van de Graaff 2 MeV (système d'analyse), permettant ainsi de réaliser un ensemble complet d'analyse (cartographie et tracé de profil).

La troisième partie (Chapitre VI et VII) est consacrée à l'exploitation de la méthode. Après avoir caractérisé la méthode expérimentale permettant le tracé de profil nous donnons quelques exemples de mesures réalisées, mesures effectuées dans le but de tester le procédé et les moyens mis en oeuvre et de participer à des études engagées par d'autres laboratoires, que ce soit dans le domaine de la diffusion thermique ou de l'implantation ionique. Nous donnons aussi un éventail des possibilités offertes par le système en particulier pour une association de notre ensemble avec un système d'analyse par canalisation.

CHAPITRE II

ANALYSE PAR REACTIONS NUCLEAIRES
TRACE DE PROFIL

II.1. PROPRIETES DE L'ANALYSE -

Le tableau ci-dessous établi par A. BONTEMPS et E. LIGEON /1/ résume les propriétés de l'analyse par réactions nucléaires :

Principe de mesure	réaction nucléaire (interaction avec le noyau).
Type de mesure	mesure globale sur la profondeur de pénétration des particules incidentes. Mesure absolue de la concentration d'impureté (l'utilisation d'un étalon n'est pas indispensable).
Spécificité	spécifique de l'impureté : se prête bien aux expériences de marquage par traceurs isotopiques (exemple : mesure de l'autodiffusion de l'^{18}O dans UO_2).
Réactions nucléaires possibles (impuretés mesurables)	bonne section efficace pour les noyaux légers (Li, Be, B, C, O, N, F, Al, P). Très faible section efficace pour les noyaux lourds. Dans ce cas, l'analyse est possible par diffusion élastique si Z impureté >> Z matrice.
Influence de la structure de la matrice	le nombre des impuretés détectées dépend de l'orientation du réseau cristallin par rapport au faisceau incident (expériences de canalisation).
Sensibilité	dépend de l'impureté à analyser (valeur de la section efficace) et des réactions de compétition. L'ordre de grandeur de la sensibilité est : 10^{15} at./cm^3 pour le Bore 10^{17} at./cm^3 pour le P.
Précision	quelques % par rapport à un étalon, 20% à 30% en valeur absolue.
Reproductibilité	satisfaisante : (écart maximum de 5% pour des échantillons testés à 1 mois d'intervalle).
Surface explorée	le Ø du faisceau peut être réduit par un simple diaphragme à 1/10 mm (des essais satisfaisants ont été faits par P.B. PRICE avec un faisceau de 2/1000 mm de Ø).

Etat de l'échantillon après analyse	Epuisement de la cible non décelable. Défauts créés par irradiation. Eclatement pour certains matériaux (silicium) ayant subit une irradiation prolongée > 2000 µ
Durée des expériences.	Exemple : 1 h de mesure pour tester l'homogénéité de bore d'un échantillon de silicium de 30 mm de Ø (15 points de mesure environ).

La méthode a été décrite et employée par différents auteurs /2/ /3/ /4/ /5/. Elle repose sur l'étude de l'interaction de particules chargées (p, d, ^3He, ^4He) de basse énergie (< 2 MeV), avec les noyaux de l'élément à analyser. Lorsque l'on bombarde un noyau (a) par des particules (b) on peut observer sous certaines conditions d'énergie une réaction nucléaire du type :

$$a + b \rightarrow x + y + Q$$

b : particule (entrante) incidente

a : particule cible

x : particule sortante (p,d,α,n,γ)

y : noyau résiduel

Q : bilan énergétique de la réaction (Si Q = 0, la réaction est une diffusion élastique).

Le nombre N de particules sortantes x détectées par le détecteur d'angle solide ΔΩ est relié aux paramètres de l'expérience par :

$$N = N_i \cdot C \cdot \frac{d\sigma}{d\Omega} \cdot \Delta\Omega$$

N_i = nombre de particules incidentes

C = nombre de noyaux cibles par cm^2

$\frac{d\sigma}{d\Omega}$ = section efficace différentielle de la réaction nucléaire observée

ΔΩ = angle solide de détection

Cette relation permet de déterminer la concentration d'un élément dans une matrice de deux façons: soit par application de la relation précédente après avoir mesuré les paramètres expérimentaux (N_i, $\frac{d\sigma}{d\Omega}$, ΔΩ), soit par comparaison avec un échantillon étalon. Les réactions nucléaires à basse énergie permettent d'identifier la plupart des impuretés de numéro atomique Z < 15. Pour des noyaux lourds on peut utiliser avec profit l'excitation

atomique (rayonnement X) provoquée par des particules chargées légères. On peut ainsi étendre ces méthodes d'analyse à des impuretés de masse élevée.

II.2. METHODES DU TRACE DE PROFIL -

Trois méthodes sont généralement utilisée pour déterminer à l'aide des réactions nucléaires un profil de concentration C(x).

a)- Déformation du spectre énergétique des particules émises -

La répartition énergétique des particules sortantes, issues d'une réaction nucléaire sur les noyaux de l'élément à analyser, dépend de la forme du profil de concentration de cette impureté. En effet, par le jeu de la perte d'énergie des particules dans le substrat, les particules sortantes d'énergie (E_s, $E_s + dE_s$) proviennent de la profondeur (x, x + dx) ; leur nombre $n(E_s)$ dépend de la concentration en impuretés à cette profondeur et de la valeur de la section efficace de la réaction nucléaire à cette même profondeur car celle-ci varie avec x par le jeu de la perte d'énergie des particules incidentes dans le substrat.

BONTEMPS et LIGEON /1/ donnent la relation entre $n(E_s)$ et C(x) en faisant intervenir les pertes d'énergie des particules et les paramètres expérimentaux. La méthode consiste alors à utiliser une fonction d'essai pour le profil C(x) ; le spectre $n(E_s)$ calculé à partir de ce profil d'essai permet par comparaison avec le spectre expérimental d'ajuster les paramètres du profil d'essai.

Remarque : l'application de cette méthode suppose que la perte d'énergie des particules sortantes soit élevée ; en effet, dans le cas où les particules sortantes ont peu de dispersion en énergie le spectre donne simplement la forme de la courbe d'excitation de la réaction nucléaire.

Cette méthode a été utilisée dans le laboratoire /6/ pour déterminer les coefficients de l'autodiffusion de l'oxygène dans l'UO_2 ; la réaction nucléaire utilisée étant la réaction $^{18}O\ (p,\alpha)^{15}N$.

b)- Tracé de la courbe d'excitation au voisinage d'une résonnance étroite -

La courbe d'excitation $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ (Ep) (Ep énergie des particules incidentes), contient des informations sur la forme du profil C(x) ; en effet, la perte d'énergie du faisceau incident dans le substrat nous amène à introduire en tout point j une section efficace $(\frac{d\sigma}{d\Omega})j$. Chaque tranche Δxj de la cible à analyser a une concentration moyenne C_j et contribue ainsi au nombre de particules issues de la réactions nucléaire ; sa contribution est :

$$\Delta N = N_i \cdot \Delta\Omega \cdot (\frac{d\sigma}{d\Omega})j \cdot C_j \cdot \Delta xj$$

Pour une énergie E_k des particules incidentes le nombre total N_k de réactions nucléaires observées est :

$$N_k = N_i \cdot \Delta\Omega \cdot \sum_{j=1}^{j=n} (\frac{d\sigma}{d\Omega})_{jk} C_j \cdot \Delta xj$$

En effectuant n mesures pour des énergies E_1, ... E_n on obtient un système linéaire d'équations dont la résolution permet de connaître les valeurs des concentrations C_1, ... C_n. Cependant le système peut être difficile à résoudre et donner des résultats peu fiables dans le cas où la variation de la courbe d'excitation en cible mince est lente ; les différences de comptage observées lorsque l'énergie varie peuvent en effet être attribuées aussi bien aux erreurs expérimentales qu'à la variation de section efficace. Il est nécessaire de réaliser une telle analyse en se plaçant au voisinage d'une résonnance étroite. A la limite, si la courbe d'excitation en cible mince est assimilable à une distribution de Dirac, la courbe d'excitation en cible épaisse sera l'image du profil de concentration des impuretés dans l'échantillon (les effets de straggling étant ici négligés).

LIGEON et al. /7/ ont appliqué cette méthode au dosage du bore implanté dans du silicium en utilisant la résonnance étroite (Γ = 6 keV à Ep = 163 keV) de la réaction $^{11}B(p,\alpha)$.

c)- Critique de ces deux méthodes -

Les deux méthodes ont l'avantage de ne nécessiter au point de vue expérimental que l'ensemble d'analyse par réactions nucléaires (soit accélérateur plus l'électronique). Néanmoins elles nécessitent la connaissance

précise des pertes d'énergie dans les matériaux et la forme analytique de celles-ci. Le traitement mathématique des résultats expérimentaux est complexe et la précision sur le résultat obtenu est difficile à évaluer.

Ces méthodes en outre ne sont pas générales.

- la méthode utilisant le tracé de la courbe d'excitation nécessite une réaction nucléaire présentant une résonnance suffisamment étroite, de plus l'élargissement de la résonnance dû au straggling limite rapidement cette méthode pour les profondeurs trop élevées.
- la méthode utilisant la déformation du spectre d'énergie des particules émises est limitée à des cibles où la perte d'énergie des particules sortantes est notable.

Pour ces raisons nous avons choisi de développer une méthode plus générale.

d)- Méthode abrasion-comptage -

Principe : Une fonction en escalier représentant la distribution C(x) peut être obtenue en faisant alterner successivement une abrasion contrôlée et une mesure du nombre d'impuretés restant dans le substrat ; la concentration moyenne dans une couche étant égale à la différence des concentrations mesurées avant et après l'abrasion.

L'abrasion peut être réalisée de plusieurs manières :

- par oxydation anodique - Nous avons appliqué la méthode au cas du silicium dopé au bore /1/. Le procédé semble bien reproductible tant que l'échantillon n'a pas été trop longtemps irradié par le faisceau de protons. Au-delà d'un certain flux d'irradiation, l'échantillon ne s'oxyde pas (dans le bain anodique) à l'impact du faisceau ou bien la couche de SiO_2 formée subit de fréquents claquages. L'épaisseur de silice formée, donc l'épaisseur de silicium enlevée sont alors mal reliées aux paramètres de l'oxydation anodique (tension, courant maximum et courant minimum).

D'autre part, la durée d'un tracé de profil est élevée ; en effet, chaque phase comporte plusieurs opérations distinctes : une abrasion (oxydation + décapage du SiO_2 dans FH), un transport de l'échantillon du système abraseur à la chambre à cibles, un montage et positionnement, la mise en vide secondaire, et la phase analyse. La durée d'une telle phase est d'environ 2 heures. Un profil étant déterminé par un minimum de points de l'ordre de 10 la durée globale du tracé est de l'ordre de 20 heures.

La contamination de l'échantillon dans le bain oxydant et de décapage n'est pas négligeable ; en effet, même si les bains sont reproduits à chaque phase l'échantillon se trouve en présence d'une solution décapante dont la concentration en bore résulte de la dissolution de la couche oxydée. Le transfert de l'échantillon à la chambre d'analyse, dans l'air atmosphérique, nécessite un nombre minimum de manipulations, sources de nouvelles pollutions.

- par attaque chimique - Afin de réduire la durée d'expérience par rapport à la méthode utilisant l'oxydation anodique, nous avons fait des essais de tracé de profil combinant l'analyse nucléaire et une attaque chimique dans le cas du silicium dopé au bore. L'échantillon à analyser est soumis à une attaque chimique graduelle, de façon à obtenir une érosion superficielle variant de 0 à quelques microns, soit en coin, soit en escalier. Par des mesures successives effectuées en différents points de la partie attaquée, on reconstitue le profil de concentration ; avantage de la méthode : un gain de temps considérable par rapport à la méthode utilisant l'oxydation anodique. La difficulté réside dans le contrôle et la mesure de la vitesse d'attaque chimique. De plus l'inhomogénéité de concentration suivant la surface rend précaire cette méthode car chaque mesure est effectuée en un point différent de l'échantillon. En outre les problèmes relatifs à la contamination superficielle sont les mêmes que dans le cas de l'oxydation anodique.

e)- Notre choix -

Dans le but de développer un système général de tracé de profil par la méthode d'abrasion-comptage, nous avons été amenés à choisir un système abraseur présentant les qualités suivantes :

- universalité,
- rapidité,
- simplicité,
- sans contamination,
- transfert rapide du système abraseur à la chambre d'analyses.

Notre choix s'est naturellement porté sur l'abrasion par faisceau ionique. Un canon à ions installé sur la chambre d'expériences permet de réaliser sous vide l'abrasion de l'échantillon à analyser, sans nécessité de transfert. De plus, la pulvérisation ionique peut s'appliquer à tout type de substrat. Nous voyons donc qu'un tel système répond à priori aux

exigences d'universalité, de non contamination, de transfert rapide. Nous verrons que ce système est d'une utilisation simple et reproductible.

La rapidité de l'abrasion dépend du flux de particules utilisé, de l'énergie et du couple ion-cible à abraser. La nécessité de perturber au minimum la structure de l'échantillon impose de choisir une énergie de bombardement faible, de telle sorte que l'interaction faisceau-matière se traduise par des chocs de type atomique en surface. La gamme d'énergie choisie est 0,5 à 2 keV. Dans un but de simplicité, il est nécessaire que l'élément à ioniser soit gazeux à la température ambiante ; les rendements de pulvérisation croissant en première approximation comme la masse de l'ion, il est nécessaire de choisir un gaz de masse élevée. Nous verrons plus loin que les gaz rares ont une très bonne efficacité de pulvérisation, de plus étant chimiquement inertes, ils n'induisent pas de réactions chimiques avec le substrat bombardé. Pour cette raison nous avons choisi comme gaz à ioniser l'argon, qui en plus des caractéristiques précédentes, présente l'avantage d'un faible coût.

Le choix d'une vitesse d'abrasion de l'ordre de 500 Å par minute semble raisonnable, ceci impose une densité de courant de faisceau ionique de l'ordre du mA/cm^2 pour une énergie de 1 keV. En effet, dans cette gamme d'énergie, les rendements de pulvérisation sont voisins (ou inférieurs à) de 1 /8/.

Nous avons pu ainsi définir les caractéristiques principales du système. Nous étudierons les possibilités offertes par le système mis au point, après avoir rappelé les caractères principaux du phénomène de pulvérisation.

CHAPITRE III

PULVERISATION IONIQUE
SPUTTERING

III.1. HISTORIQUE -

La pulvérisation ionique, c'est-à-dire, l'éjection d'atomes d'un solide bombardé par des ions ou des atomes rapides, a fait l'objet de travaux importants depuis un siècle environ. On n'attribue généralement aujourd'hui qu'un caractère qualitatif à ces expériences à cause du manque de précision des conditions expérimentales ; de plus, pendant très longtemps, l'influence de la contamination superficielle a été insuffisamment appréciée.

Le phénomène fut observé pour la première fois (GROVE, 1852) sur la cathode d'un tube à décharge lumineuse ; ces premières expériences sont à l'origine de l'expression "pulvérisation cathodique" (cathode sputtering).

La pression dans un tel tube à décharge est comprise entre 100 μ et quelques centimètres de mercure. Les libres parcours moyens des particules à l'intérieur du tube étant très faibles, un tel système n'est pas susceptible de fournir des informations quantitatives sur le phénomène ; les paramètres physiques intervenant dans le phénomène (énergie des ions, angle d'incidence,..) sont en effet mal définis.

Pour pallier à cet inconvénient, des décharges dans les gaz à basse pression utilisant un champ magnétique, ont été utilisées. Cependant, la distribution énergétique des ions bombardant la cible est assez large, l'état de charge et l'angle d'incidence des ions mal déterminés.

Un progrès important dans l'étude de la pulvérisation fut réalisé avec la création des sources d'ions à haute intensité permettant ainsi l'étude de la pulvérisation dans un grand domaine d'énergies. De plus, depuis 1958 environ, des séparateurs isotopiques ont été fréquemment utilisés pour des études dans les gammes d'énergie supérieures au kilovolt ; le collecteur de l'appareil étant alors remplacé par la cible à étudier.

III.2 APPLICATIONS ACTUELLES DU PHENOMENE DE PULVERISATION -

L'étude du phénomène physique de la pulvérisation est un des volets importants de l'étude de l'interaction faisceau d'ions-matière. En outre, la notion de sputtering étant étroitement associée à la notion de plasma et de source d'ions, l'intérêt porté au phénomène s'est encore accru. Citons par exemple l'étude et la simulation de l'interaction satellite-plasma ionosphérique /9/, la réalisation de sources d'ions utilisant un faisceau primaire pour pulvériser la matière à ioniser et ainsi obtenir une populations d'atomes neutres dans la source, sans nécessiter une source de chaleur /10/ /11/ (l'application aux matières réfractaires est immédiate).

Diverses techniques utilisent le phénomène de pulvérisation ; le phénomène peut être alors utilisé comme moyen "d'évaporer" des atomes d'un substrat : techniques de dépôt de couches minces sous vide où la matière pulvérisée est alors collectée sur une cible. Le plus souvent on s'intéresse aux modifications du substrat apportées par le sputtering ; les micro-usinages de surfaces, l'amincissement d'échantillons et leur polissage, les nettoyages de surface peuvent être réalisés par bombardement au moyen de faisceaux d'ions ; ces techniques sont employées en particulier dans la préparation d'échantillons destinés à l'étude par microscopie électronique de transmission. Citons enfin les pompes ioniques à pulvérisation qui contribuent largement au développement des techniques du vide et de l'ultra-vide.

En résumé, les avantages de la pulvérisation ionique sont :

- l'application à tous les types de matériaux alors que les méthodes chimiques ont des possibilités très limitées ;

- la possibilité de réaliser l'expérience à la température désirée ;

- l'inexistence de la contamination de surface, bien que cet avantage soit contrebalancé en partie par la création de défauts dans le cristal.

III.3. CARACTERES DE LA PULVERISATION -

On appelle rendement de pulvérisation S le rapport du nombre d'ions ou d'atomes arrachés à la cible au nombre d'ions incidents. S est une fonction de l'énergie E de l'ion incident, de la nature de l'ion incident et de l'atome cible, de l'angle d'incidence, de la température et de l'état de

surface de la cible. Les valeurs possibles de S sont approximativement comprises entre 0 et 100.

- Variations de S avec l'énergie de l'ion incident -

S est nul pour des valeurs de l'énergie inférieures à Es, seuil de pulvérisation voisin de 1 à 2 Ry (Ry = 13,6 eV). Es est fonction du couple ion-cible.

Au-dessus de Es, S croît d'abord de façon quadratique ; une région à croissance linéaire est alors rapidement atteinte. Pour une valeur de l'énergie comprise généralement entre 1 et quelques dizaines de keV, S atteint un maximum pouvant être très étalé, pour décroître ensuite /12/.

- Variations de S avec la nature de la cible -

LAEGREID et WEHNER /13/ ont remarqué, lors d'expériences effectuées avec des ions Ar^+, Ne^+ d'énergie 50 à 600 eV, que le rendement de pulvérisation varie comme l'état de remplissage des couches d de la cible bombardée. ROSENBERG et WEHNER /14/ mettent en évidence une dépendance périodique avec le numéro atomique semblable à celle de l'inverse de la chaleur de sublimation. ALMEN et BRUCE /12/, N. COLOMBIE /15/ ont observé à de plus hautes énergies (45 et 40 keV) d'ions incidents le même type de comportement de S, qui varie de la même manière à l'intérieur de chaque période de la classification des éléments.

- Variations de S avec la nature de l'ion incident -

ALMEN et BRUCE /16/ ont étudié la variation de S avec la nature de l'ion incident pour des énergies voisines de 45 keV. Les résultats sont présentés sous formes de courbes de rendement en fonction du numéro atomique de l'ion. Une périodicité apparaît dans ces courbes ; chaque période se présente de la même façon : un accroissement très rapide suivi d'un maximum pour le gaz rare du groupe, le rendement tombant ensuite à des valeurs très faibles. ROL et al. /17/ ont réalisé des études similaires au moyen d'un séparateur isotopique entre 5 et 25 keV, mais leur étude non systématique n'illustre pas, lorsque l'on représente /8/ les courbes S en fonction du numéro atomique, la périodicité mise en évidence par ALMEN et BRUCE.

- Variations de S avec l'angle d'incidence -

WEHNER /18/ a réalisé cette étude dans la gamme des faibles énergies (150 eV - 800 eV) et a classé les métaux étudiés en trois groupes :

- ceux dont le rendement S est élevé pour une incidence normale et présente peu de variation avec l'angle d'incidence (Au, Ag, Cu, Pt),

- un groupe intermédiaire (Ni, W) présentant une variation sur S d'un facteur 2 à 3 lorsque l'incidence varie de 0° à 70°,

- un groupe présentant une très grande variation (jusqu'à un facteur 10) : Fe, Mo, Ta.

Divers auteurs donnent des expressions de la variation de S avec l'angle θ d'incidence. ALMEN et BRUCE /12/ trouvent une loi en $\sec^{3/2}(\theta)$ pour des ions néon et krypton bombardant diverses cibles métalliques entre 20 et 60 keV. MOLCHANOV et TEL'KOVSKY /19/ donnent $S(\theta) = S_o/\cos\theta$ pour des ions argon de 25 keV sur du cuivre, jusqu'à des angles de 70°. N.COLOMBIE /15/ montre que dans le cas du cuivre bombardé par des ions Argon de 30 keV la loi en $1/\cos\theta$ n'est qu'une approximation.

Dans le cas de cibles monocristallines et pour des ions de moyenne énergie, le rendement de sputtering dépend étroitement de l'angle d'incidence du faisceau primaire ; en effet, MOLCHANOV et ses collaborateurs /19/ /34/ notent que des minimums prononcés dans la valeur du rendement apparaissent quand la direction du faisceau incident coïncide avec un axe cristallographique de la cible ; l'observation d'une telle anisotropie requiert une température cible supérieure à la température d'amorphisation du cristal sous le bombardement ionique; en effet, cet effet disparaît si l'on abaisse la température au-dessous de cette valeur critique.

- Seuil de pulvérisation -

L'énergie seuil est l'énergie minimum de l'ion incident nécessaire pour arracher un atome-cible. Diverses mesures de cette énergie ont été effectuées ; la difficulté de la mesure, la diversité des méthodes utilisées expliquent la dispersion des résultats. Par exemple WEHNER et ses collaborateurs ont employé deux méthodes de mesure ; la première utilise l'absorption d'une raie lumineuse par le dépôt collecté sur un ruban de verre, la seconde est une méthode spectroscopique : les atomes pulvérisés sont excités par le phénomène de décharge régnant dans l'enceinte de pulvérisation ; l'intensité

des raies spectrales correspondantes permet de déterminer pour chaque énergie le nombre d'atomes pulvérisés. Ces deux méthodes fournissent des résultats différents pour des couples ion-cibles indentiques ; dans le cas du fer, par exemple, bombardé par des ions Hg^+ les résultats obtenus par la première et la deuxième méthode sont 60-70 eV et 25 eV /21/ /22/ /23/. En outre SCOTT /24/ remarque lors d'expériences à basse énergie que le rendement de pulvérisation de l'or par des ions Néon dépend de la densité de courant ionique, alors que dans le cas de l'argon ce phénomène n'apparaît pas. Il explique ceci par une pulvérisation se produisant en deux étapes : la première étape étant la création de défauts dans le métal, et la seconde l'éjection d'atomes situés au voisinage de ces défauts.

- Nature et énergie des particules pulvérisées -

Les particules pulvérisées sont en majorité des atomes neutres de la cible. La fraction ionisée des particules pulvérisées dépend de l'état de surface de la cible bombardée. Généralement elle représente une fraction de l'ordre de 1%. La plupart des auteurs indiquent une énergie moyenne pour les particules pulvérisées de l'ordre de 10 eV. Cependant THOMSON et ses collaborateurs /25/ ont montré que, pendant le bombardement au moyen d'ions xénon et argon de 43 keV d'une cible d'or, une fraction des atomes éjectés a des vitesses comparables à celles d'un phénomène d'évaporation thermique. L'explication de ceci est la création d'une petite zone chaude (thermal spike) de dimensions de l'ordre des dimensions interatomiques, suffisamment chauffée pendant le bombardement pour donner lieu à une évaporation d'atomes neutres de surface. Utilisant des ions A^+ de 43 keV, Xe^+ de 43 keV et 66 keV THOMSON /26/ bombarde une cible monocristaline d'or et observe les mêmes phénomènes. Il développe un modèle de pulvérisation basé sur les cascades de collisions à deux corps ; le spectre d'énergie observé correspond assez bien au spectre prévu selon ce modèle sauf au-dessous de 1 eV où les "pointes chaudes" jouent certainement un rôle.

- Distribution angulaire des particules pulvérisées -

. Cibles amorphes ou polycristallines : lorsque l'incidence d'attaque du faisceau ionique est normale, la distribution angulaire des particules pulvérisées se rapproche d'une loi en cosinus (diagramme d'émission circulaire en coordonnées polaires). GRÖNLUND et MOORE /27/ trouvent une distribution très voisine d'une loi en cosinus dans le cas du bombardement d'une cible d'argent

polycristallin par des ions néon. De façon générale les auteurs signalent une variation par rapport à la loi en cosinus ; fréquemment cette différence va dans le sens d'une valeur supérieure de S à ce que donne la distribution cosinus, pour les directions obliques (aplatissement vertical du diagramme d'émission). D'autres auteurs signalent /17/ /28/ /29/ que la distribution se présente plutôt sous la forme gaussienne.

Dans le cas d'une incidence oblique du faisceau d'ions, la distribution angulaire dépend peu, à énergie moyenne /17/, de l'angle d'incidence, tandis qu'à basse énergie le maximum a lieu dans la direction des ions réfléchis /30/.

. Cas des monocristaux - WEHNER /31/ remarque le premier l'éjection préférentielle dans certaines directions, lorsqu'un monocristal est bombardé par des ions. De nombreuses expériences ont été effectuées depuis lors /15/ /32/ à /35/ dans le but de relier ce phénomène à l'existence de séries de collisions le long de certaines directions cristallographiques privilégiées, expliquant ainsi l'augmentation du nombre d'atomes éjectés dans ces mêmes directions. CHADDERTON et ses collaborateurs /36/ étudient l'influence de la variation de l'angle d'incidence du faisceau par rapport aux directions de canalisation (faisceau A_r^+ de 80 keV), sur l'amplitude et la géométrie des spectres d'éjections préférentielles collectés (spot patterns) ; les auteurs montrent que cette dépendance a pour origine non seulement les caractéristiques physiques des chaînes de collision qui se développent, mais aussi de leurs positions sous la surface déterminées par la profondeur de décanalisation de l'ion incident qui initie la chaîne. Le rôle du phénomène de canalisation est ainsi mis en évidence dans le phénomène de pulvérisation (la première mise en évidence étant la variation de S avec l'angle d'incidence sur un monocristal).

III.4. MECANISME DU PHENOMENE -

Le mécanisme important est le transfert et le transport d'une partie de l'énergie de la particule incidente par le jeu de collisions secondaires en chaîne entre les atomes de la cible. On peut distinguer plusieurs phases entre l'impact d'une particule incidente et l'éjection d'un ou plusieurs atomes du réseau.

L'évènement de première collision : un ion incident subit une diffusion (élastique ou inélastique) sur un atome de la cible qui prend alors une énergie de recul fonction du rapport des masses et de l'énergie.

La chaîne de collisions dont le début est le recul du premier atome qui, par une première diffusion sur un atome voisin, donne naissance à 2 atomes d'énergie voisine et de l'ordre de la moitié de l'énergie de recul du premier atome. Chacun de ces atomes donne naissance à une collision, etc ... On assiste alors à un développement de collisions en chaînes, l'énergie décroissant avec l'indice de la collision.

Une de ces collisions secondaires, ou plusieurs, parfois aucune, a lieu près de la surface de telle sorte que la collision suivante peu donner lieu à l'éjection d'un atome de la cible.

Le développement des collisions en cascade est lié intimement à la structure de la cible. En particulier, on assiste à des phénomènes supplémentaires lorsque la structure de la cible est cristalline.

R.H. SILSBEE /37/ considère une rangée d'atomes, espacés de la distance d et de diamètre 2 ro (on assimile les chocs entre atomes à des chocs du type boule de billard). Le premier atome d'énergie E se déplace dans la direction Θo par rapport à la rangée d'atomes. L'impact du premier atome développe une suite de collisions binaires le long de la rangée. Le calcul montre que pour la $(i + 1)^{ème}$ sphère :

$$\frac{\sin \Theta_{i+1}}{\sin \Theta_i} = \alpha \cos \Theta_i - (1 - \alpha^2 \sin^2 \Theta_i)^{1/2}$$

avec $\alpha = d/2ro$

Donc si $\alpha < 2 \cos \Theta_i$ alors $\Theta_{i+1} < \Theta_i$

L'angle Θ décroît quand l'indice de la collision augmente ; on dit qu'il y a focalisation de la suite de collisions, car le mouvement tend à se faire dans la direction de l'axe de la rangée. La *Figure 1* illustre cet effet.

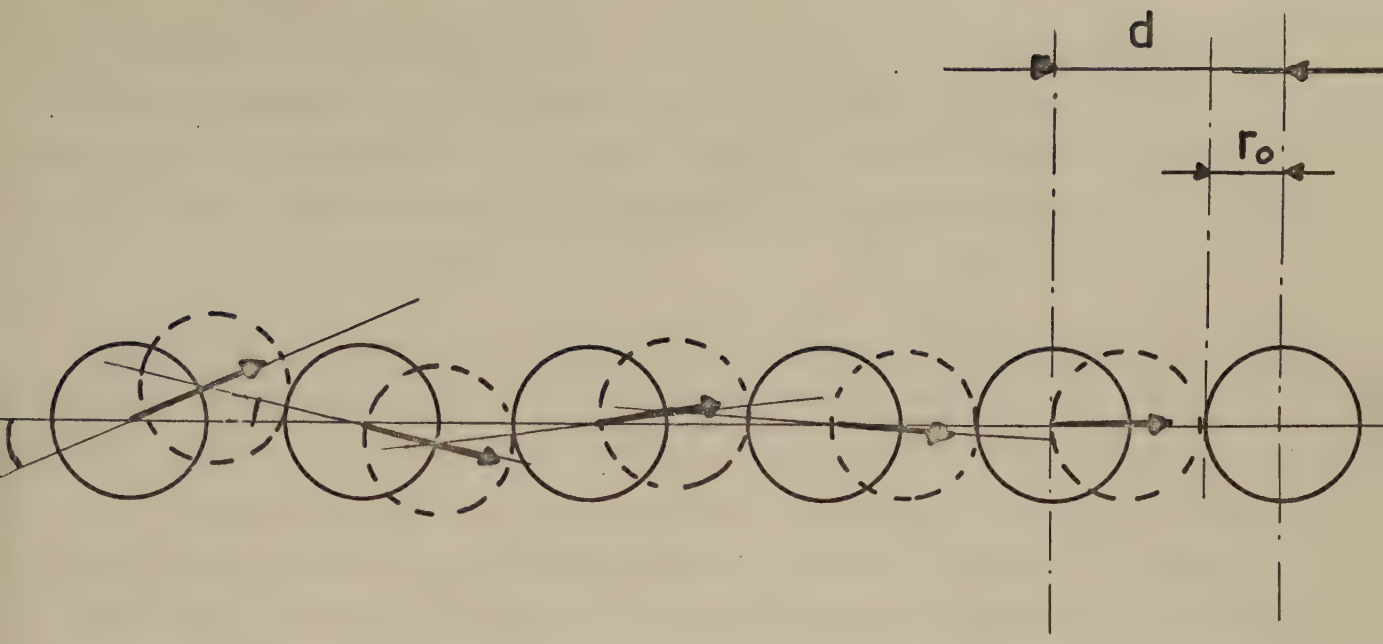


FIG . 1 FOCALISATION DES SERIES DE COLLISIONS

La condition de focalisation peut être simplifiée en $\alpha < 2$ soit $d < 4\ ro$. Cette dernière expression est fréquemment utilisée dans la littérature /38/ /8/.

L'énergie transférée est donnée par la relation :

$$\frac{E_{i+1}}{E_i} = \cos^2 (\theta_i + \theta_{i+1})$$

cette relation montre que l'énergie focalisée dans la rangée d'atomes est d'autant plus grande que θ et α sont petits. L'effet de focalisation se produit donc dans les rangées de grande densité et à de faibles énergies car le rayon équivalent boule de billard ro croît lorsque l'énergie décroît. En effet, pour un potentiel d'interaction V entre les atomes, le rayon équivalent ro peut être déduit de la relation :

$$V(2ro) = \frac{1}{2} E$$

E étant l'énergie dans le laboratoire de la particule incidente. NELSON /38/ calcule ro dans le cas d'un potentiel du type Born-Mayer (ce qui est justifié par le fait que les distances minimums d'approche sont grandes).

$$V(r) = A \exp(-r/a) \qquad ro = \frac{1}{2}\ a \operatorname{Log}(2A/E)$$

La focalisation ne peut avoir lieu à haute énergie, mais quand l'énergie diminue ro augmente de telle sorte que pour une valeur particulière Ef de l'énergie, la relation d < 4 ro est vérifiée ; la focalisation a alors lieu. Ef est appelée énergie de focalisation et est donnée par :

$$Ef = 2\ A \exp\left(\frac{-D}{2a}\right)$$

NELSON donne la valeur de Ef dans le cuivre (réseau à faces cubiques centrées) dans le cas de l'axe <110> ; $Ef^{110} = 67$ eV. Ce résultat indique bien que la focalisation des chaînes de collisions est un phénomène de basse énergie.

Dans un cristal réel la condition $\alpha < 2 \cos \theta_i$ n'est pas suffisante pour qu'une chaîne de collisions focalisées puisse se produire. En effet, il est aussi nécessaire que les atomes environnants n'interfèrent pas avec la propagation de la chaîne. D'autre part, dans le cas de cristaux cubiques à faces centrées, l'interaction des rangées voisines peut se traduire par le phénomène de focalisation assistée, par exemple le long des rangées <1,0,0> et <1,1,1>. Contrairement au phénomène de focalisation simple, les collisions s'accompagnent nécessairement d'un déplacement ; la trajectoire de l'atome déplacé est dans le cas de la focalisation assistée, focalisée par l'existence d'un anneau d'atomes autour de sa trajectoire ; l'anneau d'atomes se comportant alors comme une lentille convergente.

Ces diverses interprétations du phénomène de pulvérisation dans les monocristaux sont en bon accord avec la mise en évidence expérimentale des directions d'éjection préférentielles d'atomes le long de certains axes cristallographiques, dans le cas d'une cible monocristalline bombardée par des ions.

Théories -

Les premières théories du phénomène de pulvérisation tentaient de relier l'éjection d'atomes sous l'effet d'un bombardement ionique au phénomène d'évaporation; les ions bombardant la cible créant une zone (de dimensions de l'ordre de grandeur des dimensions atomiques) à température très élevée autour du point d'impact (A. VON HIPPEL, C.J. TOWNES, G.H. ROCKWOOD). Il apparut rapidement que les conséquences prévues à partir de tels modèles étaient en contradiction avec les faits observés.

Actuellement le concept microscopique du phénomène est prépondérant ; de nombreuses théories utilisent en effet le modèle des collisions entre ions et atomes, atomes et atomes comme mécanisme du transfert d'énergie, avec

comme conséquence le déplacement des atomes dans toutes les directions et en particulier vers l'extérieur de la cible. De nombreux calculs ont été publiés par divers auteurs sur l'expression théorique du rendement de pulvérisation dans les milieux amorphès ou polycristallins. KEYWELL /39/ interprête le phénomène de pulvérisation de façon analogue au ralentissement des neutrons dans un modérateur de réacteur nucléaire et calcule le nombre d'atomes déplacés et le nombre d'atomes éjectés vers l'extérieur. GOLDMAN et SIMON /40/ proposent une théorie de la pulvérisation par des ions légers de haute énergie. CARTER et COLLIGON /8/ et N. COLOMBIE /15/ passent en revue diverses théories en exposant pour chacune d'elles les hypothèses de base. R.J. MAC DONALD /32/ estime que deux théories sur la pulvérisation des cibles polycristallines ou amorphes ont de la valeur ; celle de THOMSON /41/ (1968) et celle de SIGMUND /42/ (1969). THOMSON présente un modèle simple pour décrire les suites de collisions dans le solide. Il utilise les résultats des théories sur les dommages créés par les radiations pour déterminer le nombre d'atomes déplacés par un atome primaire. L'énergie de liaison est considérée comme affectant la vitesse de l'atome transmis à travers la surface dans le sens d'une diminution de la composante normale, le résultat étant une réfraction de l'atome transmis.

Dans le modèle de SIGMUND la pulvérisation est aussi supposée résulter de séries de collisions atomiques. L'auteur calcule le rendement de pulvérisation dans l'hypothèse d'un milieu infini à structure non ordonnée ; il développe une équation intégro différentielle pour le rendement S à partir de l'équation du transport de BOLTZMANN. Les données du problème sont les sections efficaces de collisions ion-cible, atome cible-atome cible et les énergies de liaison atomique. Les collisions à haute énergie sont caractérisées par des sections efficaces du type THOMAS-FERMI tandis qu'une section efficace du type BORN-MAYER est choisie pour les faibles énergies ; le pouvoir d'arrêt électronique étant introduit si nécessaire. SIGMUND montre que sa théorie est en bon accord avec les résultats expérimentaux sur les cibles polycristallines.

CHAPITRE IV

DESCRIPTION de l'ENSEMBLE EXPERIMENTAL

IV.1. - ACCELERATEUR D'IONS -

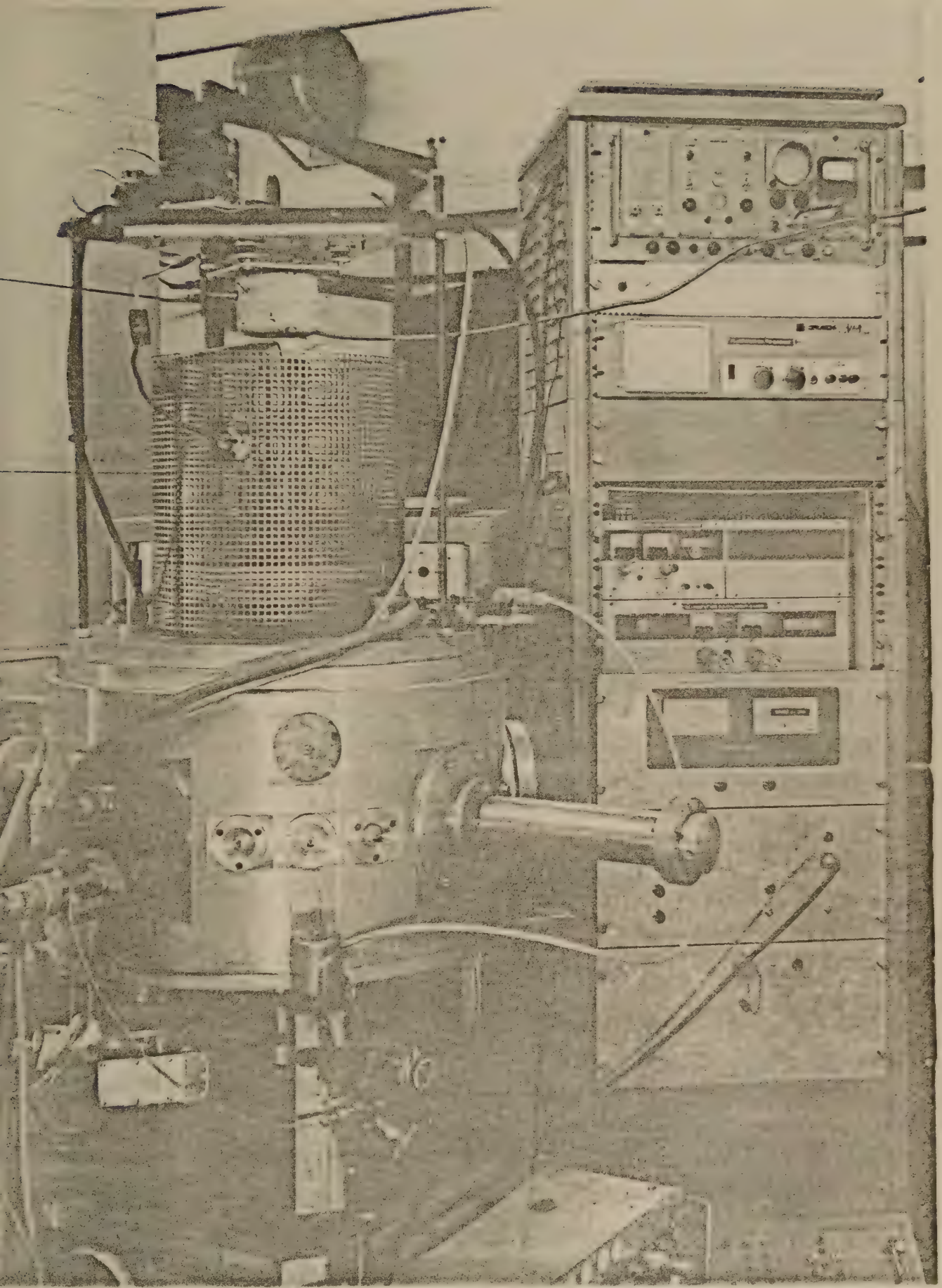
L'accélérateur est un VAN de GRAAFF 2 MeV équipé en permanence de trois gaz (hydrogène, deutérium et hélium). La commutation sur l'un de ces trois éléments est commandée du pupître. Il est possible d'accélérer les ions de n'importe quel autre gaz en remplaçant la réserve d'hélium, par exemple, par une réserve de ce gaz. Le changement n'est alors pas automatique et nécessite l'ouverture de l'accélérateur. La source est du type Thonemann (H.F.).

Le VAN de GRAAFF est équipé à sa sortie d'un analyseur magnétique à 2 voies permettant de défléchir le faisceau. La rigidité magnétique maximum correspond à la déviation des particules alpha de 2 MeV. Un mesureur de champ permet de déterminer avec précision l'énergie des particules accélérées. Chacune des 2 voies de l'accélérateur est équipée d'une chambre à cibles. Le canon à ions est installé sur l'une de celles-ci.

IV.2. - CHAMBRE à CIBLES -

La *figure 2* représente la chambre à cibles surmontée du canon à ions, ainsi que la baie d'alimentations du canon. Nous utilisons une chambre à cibles équipée de bras mobiles destinés à supporter divers détecteurs permettant de mesurer le nombre et l'énergie des particules émises à des angles choisis. Ces détecteurs sont employés principalement lors d'analyses par rétrodiffusion élastique ; dans le cas d'analyses par réactions nucléaires nous utilisons un détecteur annulaire porté par le tube du faisceau (*Fig.3*) offrant ainsi un grand angle solide de détection.

La chambre à cibles peut être munie d'un cylindre de Faraday permettant de mesurer le courant de faisceau ou d'un quartz pour visualiser l'impact de celui-ci. Un hublot permet un contrôle visuel à l'intérieur de la chambre.



IG 2 CHAMBRE A CIBLES
SURMONTEE DU CANON A IONS
ET BAIE D'ALIMENTATIONS

Le système de pompage de l'enceinte est assuré par un groupe comprenant une pompe à palettes classique associée à une pompe à diffusion de mercure (600 l/s). Ce groupe assure dans les conditions optimums un vide de l'ordre de 5.10^{-6} torr. L'utilisation du mercure comme fluide dans la pompe à diffusion diminue les contaminations parasites dans l'enceinte (hydro-carbures) que l'on aurait par l'utilisation dans une pompe à diffusion classique (huile).

Un porte-cible mobile en translation perpendiculairement au faisceau permet, par rotation autour de son axe, de présenter l'échantillon à analyser perpendiculairement au faisceau du canon à ions. Il permet ainsi tous les déplacements nécessaires à un tracé de profil ou à une étude de répartition d'impuretés superficielles (cartographie). (*Fig.3*).

Le courant de faisceau collecté sur la cible est mesuré par un intégrateur analogique à plusieurs sensibilités (10^{-3} à 10^{-11} A) qui permet par un simple changement de gamme de mesurer la charge apportée par le faisceau d'analyse et par le faisceau du canon à ions. Afin de piéger les électrons secondaires, une polarisation sur la cible peut être appliquée (boîtier de piles isolé). Lorsqu'un détecteur est utilisé avec un écran, une polarisation est aussi appliquée à celui-ci qui est rendu conducteur par un dépôt d'or.

IV.3. - LE CANON à IONS -

L'appareil se compose d'une source d'ions, d'un système d'extraction et d'accélération de ces ions et d'un ensemble de diaphragmes dont l'un est maintenu à température ambiante par circulation d'eau. Le dernier diaphragme est constitué d'une chambre à azote liquide se trouvant au voisinage du porte-échantillons. Le diaphragme recevant l'impact du faisceau ionique est recouvert d'une plaque de titane pouvant être remplacée (*Fig.4*). La hauteur de l'ensemble est réglable de l'extérieur, en hauteur ; la variation permise est 4 cm.

La source d'ions est une source du type Kaufman. Ce type de source a été développé depuis 1960 en particulier aux Etats-Unis dans le but de construire des propulseurs spaciaux ioniques. En effet, la propulsion de

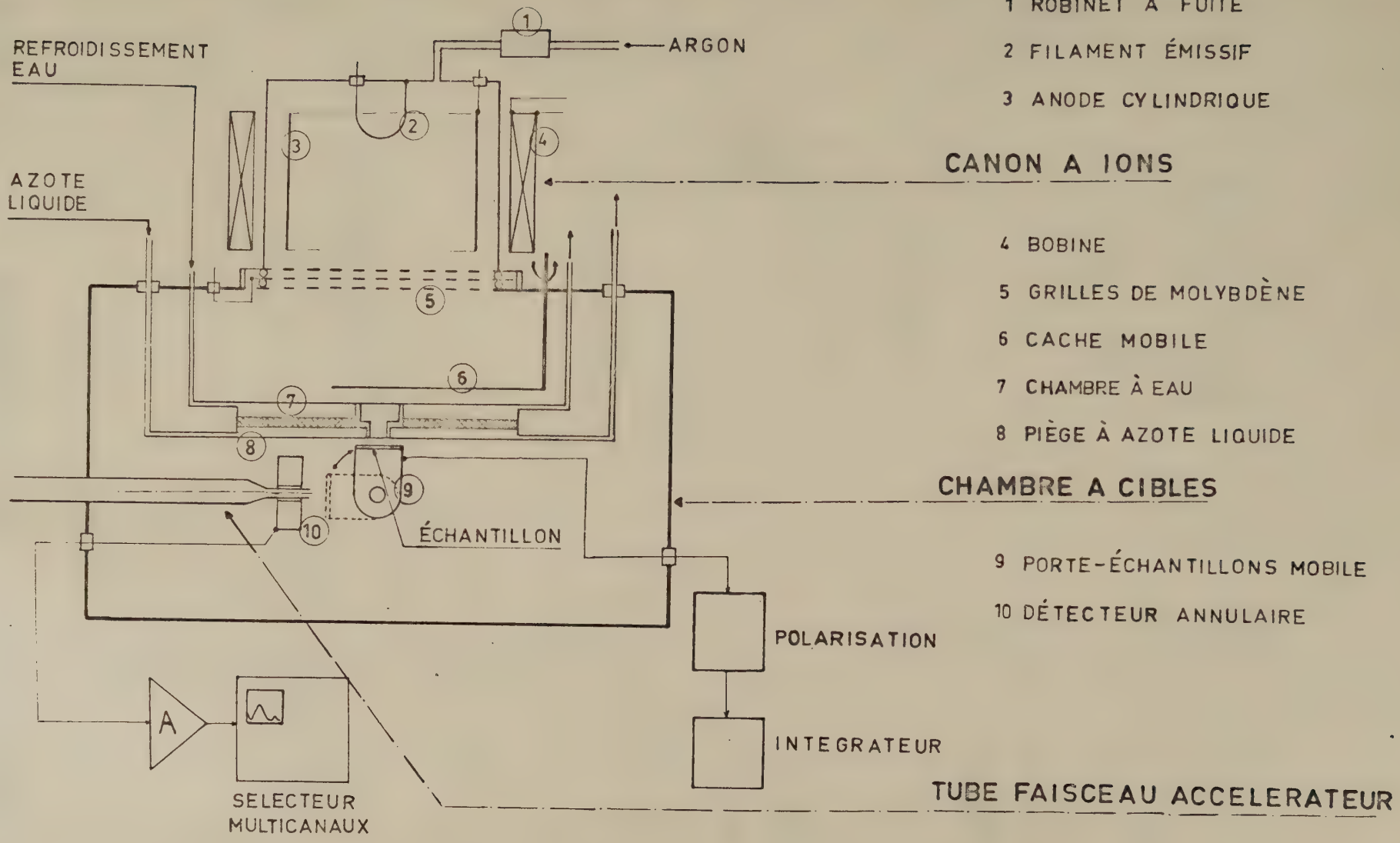


Fig. 3. TRACÉ DE PROFIL – MONTAGE EXPÉRIMENTAL

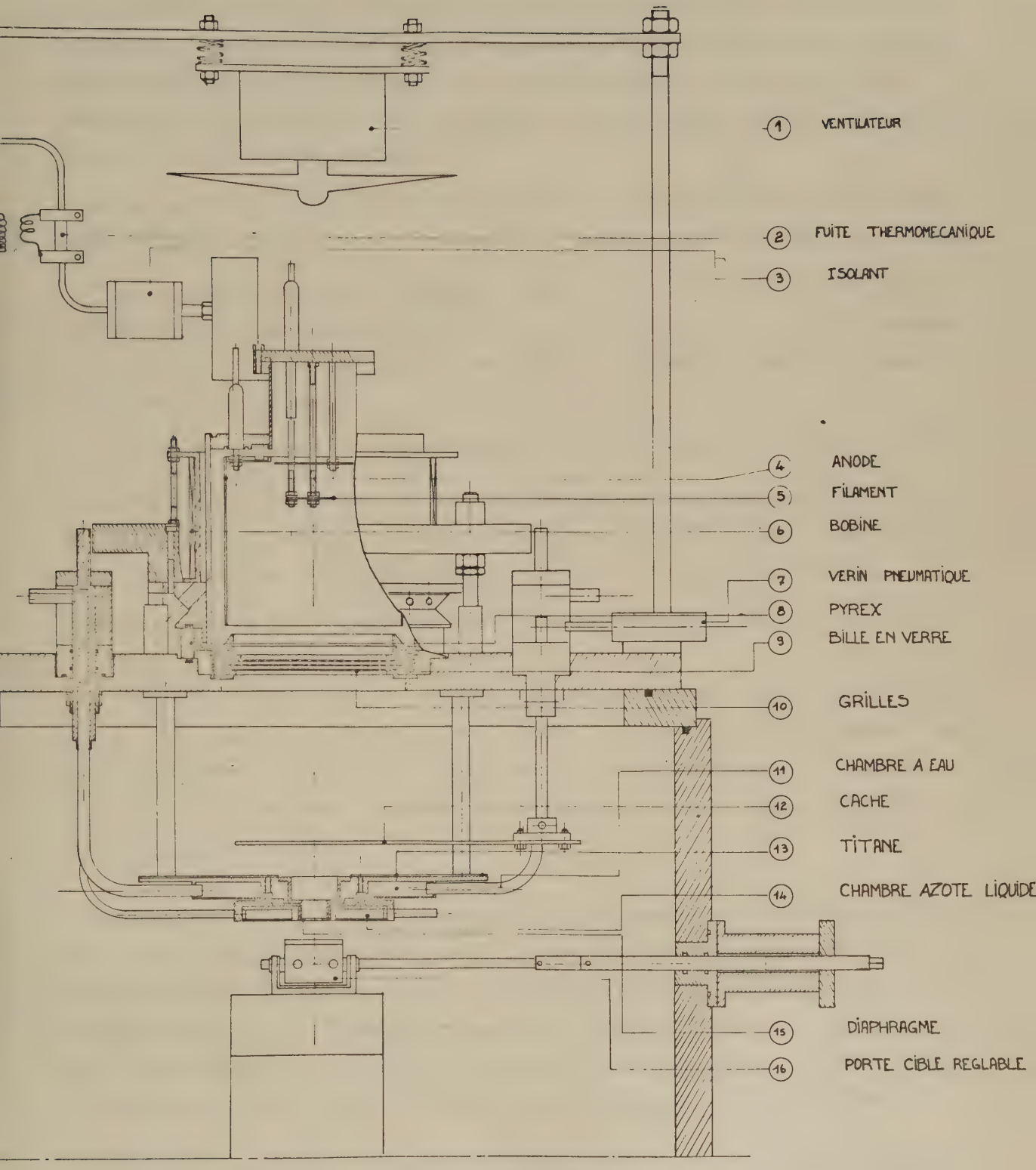


FIG. 4 ENSEMBLE CHAMBRE À CIBLES - CANON A IONS

satellites ou de véhicules spaciaux requiert des ions dont la vitesse est de l'ordre de celle des véhicules eux-mêmes, ce qui correspond à la gamme des basses énergies (100 eV). L'intensité du faisceau doit être aussi élevée que possible afin d'obtenir une poussée maximum. La source de type Kaufman correspond bien à ces critères, car elle fournit des faisceaux intenses d'ions à faible énergie.

- La source d'ions (*Fig.3 & 4*) est constituée d'un cylindre en acier inoxydable formant la chambre de décharge. A l'intérieur de celle-ci, on trouve :

. Un filament émetteur d'électrons constitué d'un fil de tungstène ou de tantale porté à haute température par chauffage direct (puissance nécessaire 150 à 200 W). Il a la forme d'une boucle de diamètre 4 cm. Le diamètre du fil est de 5/10 mm.

. Une anode cylindrique en molybdène portée à un potentiel positif.

A l'extérieur de la chambre se trouve une bobine électromagnétique isolée de celle-ci et produisant un champ magnétique dont l'axe est confondu avec celui de la source. Le champ produit est de l'ordre de 60 gauss/A.

L'ensemble de la source est porté à la haute tension (entre 0,5 et 2 kV).

- Le système d'extraction et d'accélération est constitué de trois grilles : G1, G2, G3, identiques en molybdène percées de 379 trous, de diamètre 3 mm, selon un réseau hexagonal. G1 constitue la partie inférieure de la source est donc portée au potentiel H.T. G2 est portée à un potentiel négatif (-250 V). G3 est au potentiel masse.

- L'admission de gaz à basse pression à l'intérieur de la chambre d'ionisation (10^{-4} torr) est réalisée par l'intermédiaire d'un robinet à fuite thermomécanique (système où le débit de fuite du gaz est déterminé par la dilatation relative d'éléments mécaniques). Celui-ci est commandé par un auto-transformateur permettant la commande à distance de l'admission de gaz. Un manchon de téflon isole la fuite thermomécanique de la haute tension.

- L'ensemble de la source et de la bobine est refroidi par un ventilateur.

- Un cache mobile en molybdène mû par un vérin pneumatique commandé par une électro-vanne permet de couper le faisceau dans un temps très court (de l'ordre du 1/10 de seconde). Le flux de particules ayant bombardé la cible

est ainsi bien défini.

La *figure 5* schématise l'ensemble expérimental d'analyse, permettant les analyses suivant la surface de l'échantillon et les tracés de profils de concentration.

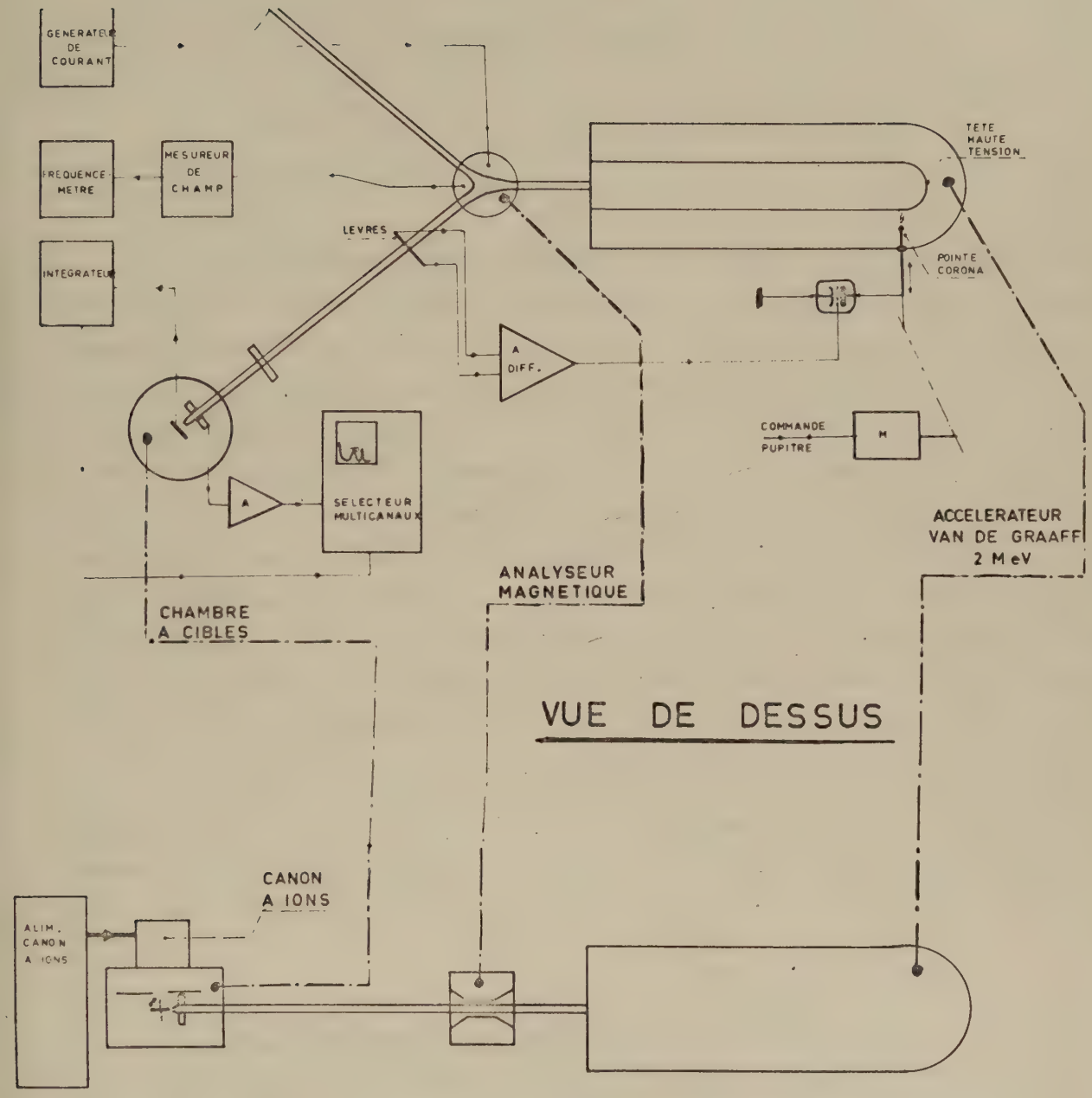


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

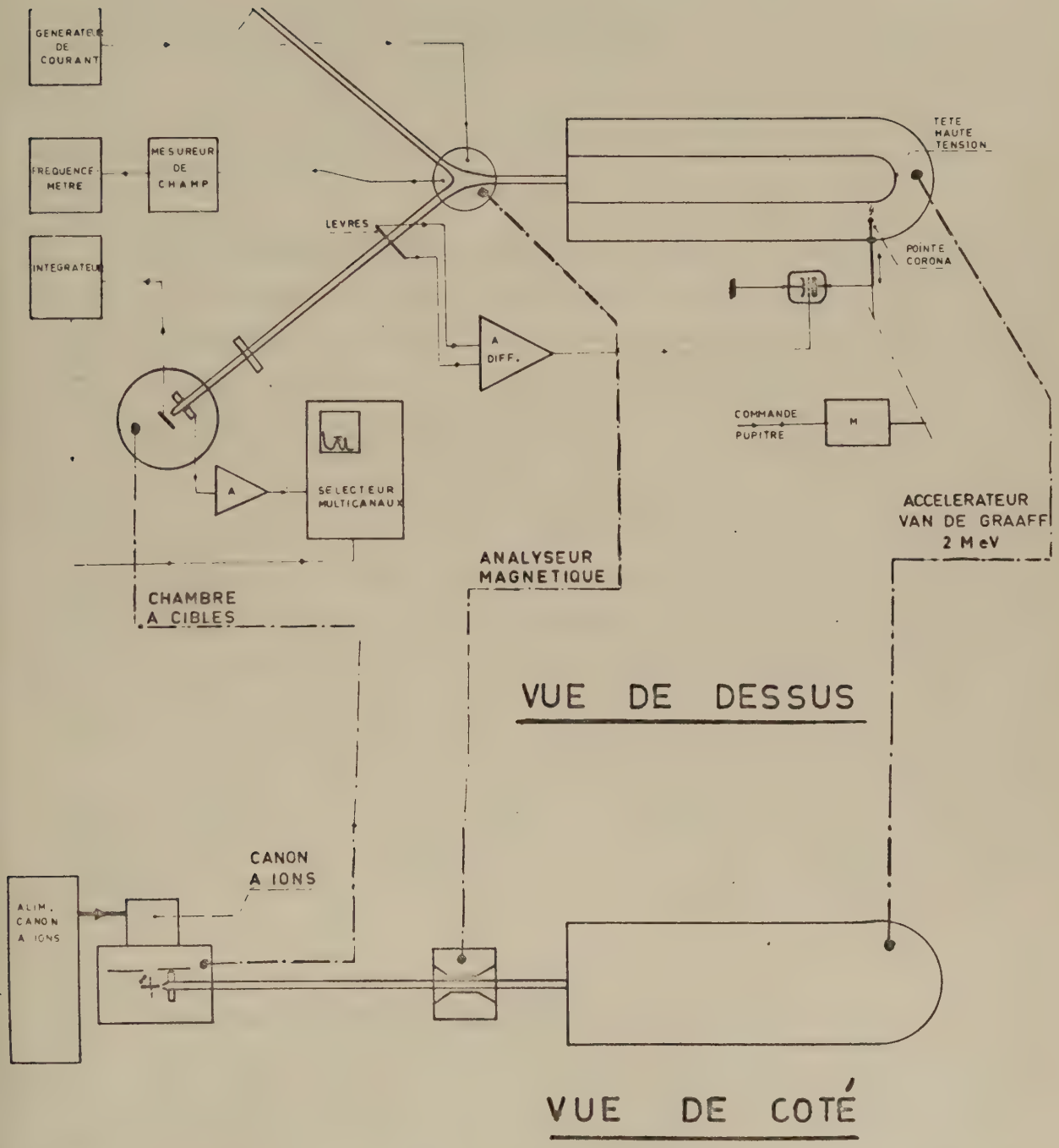


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

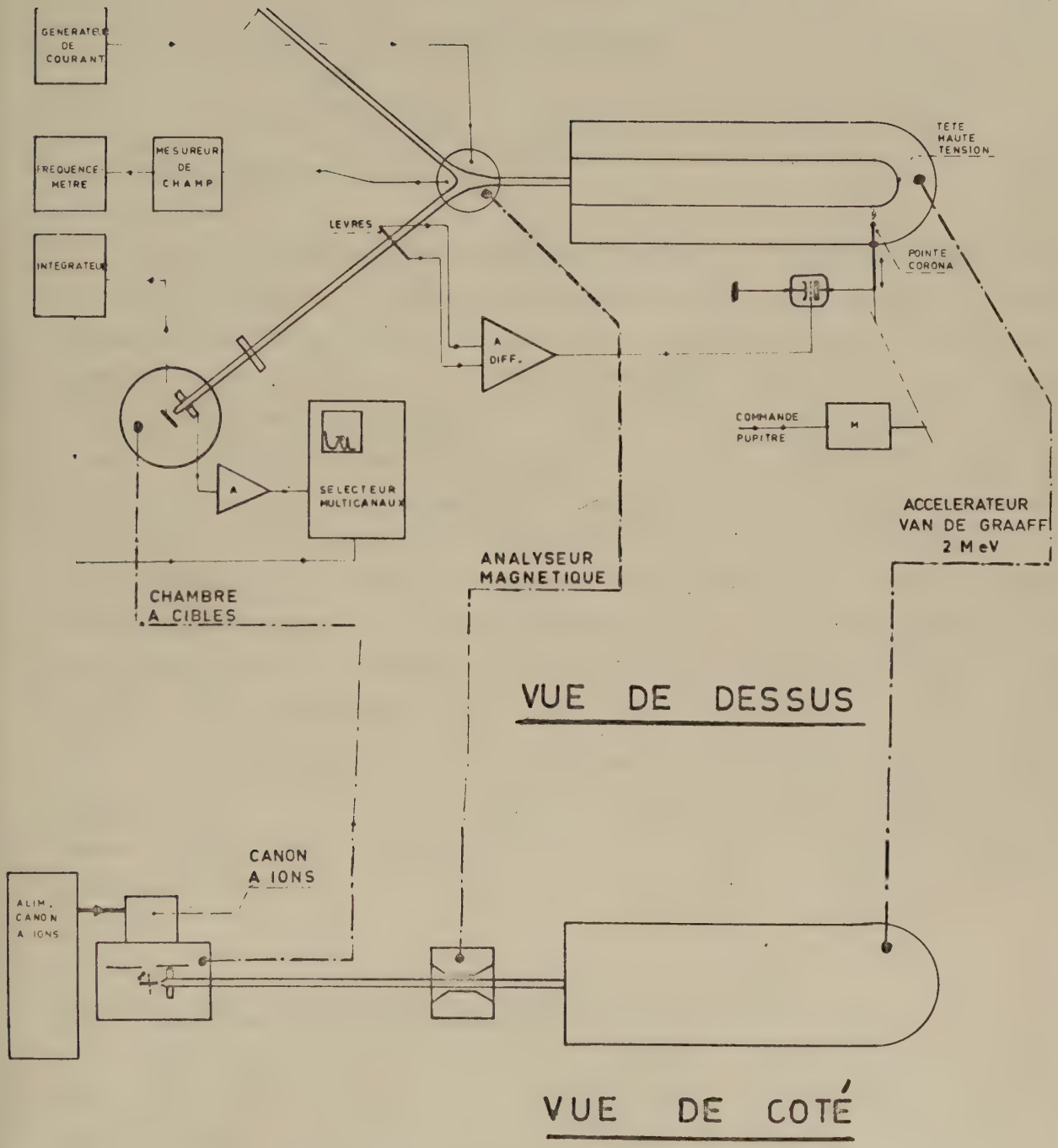


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

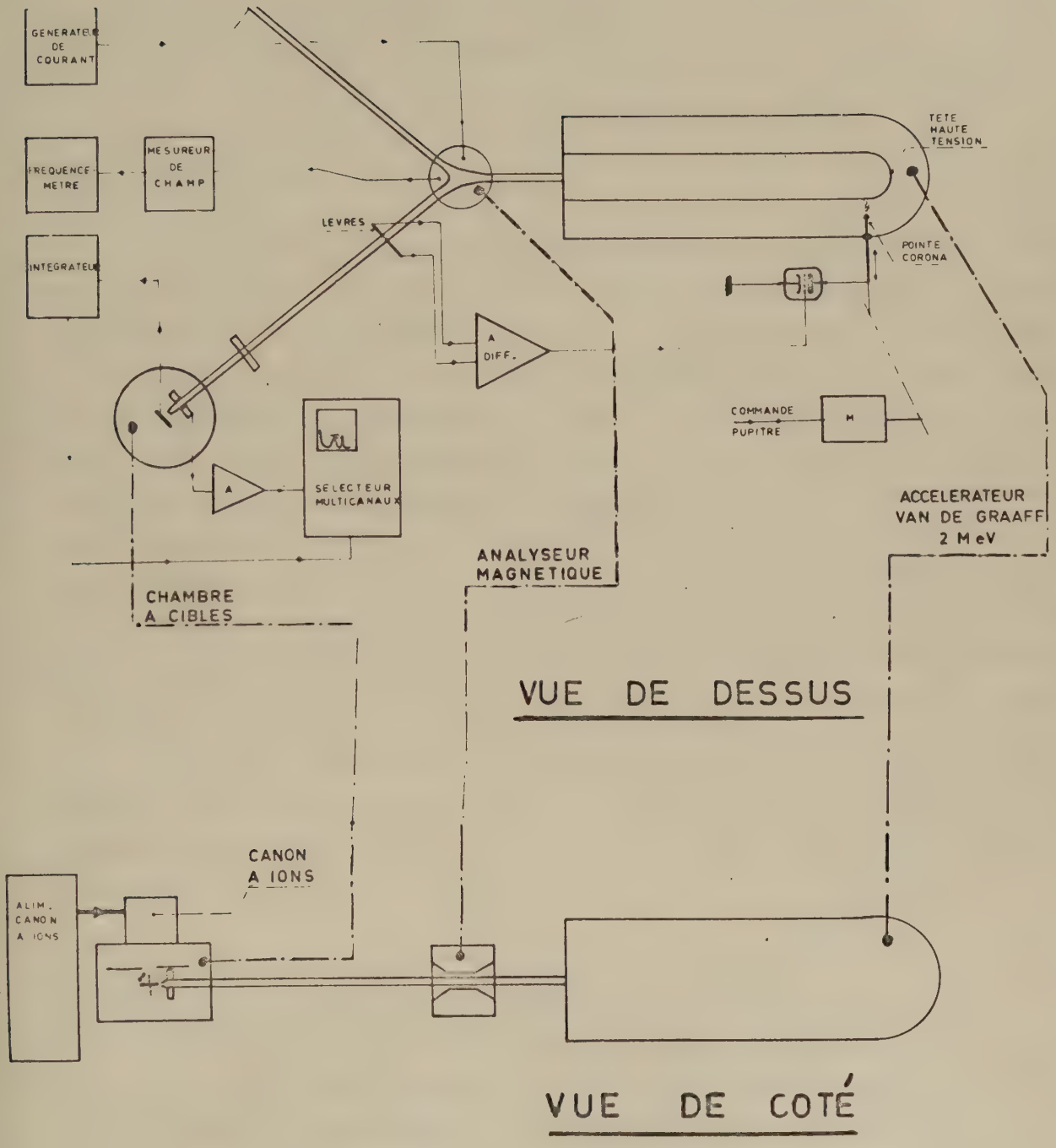


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

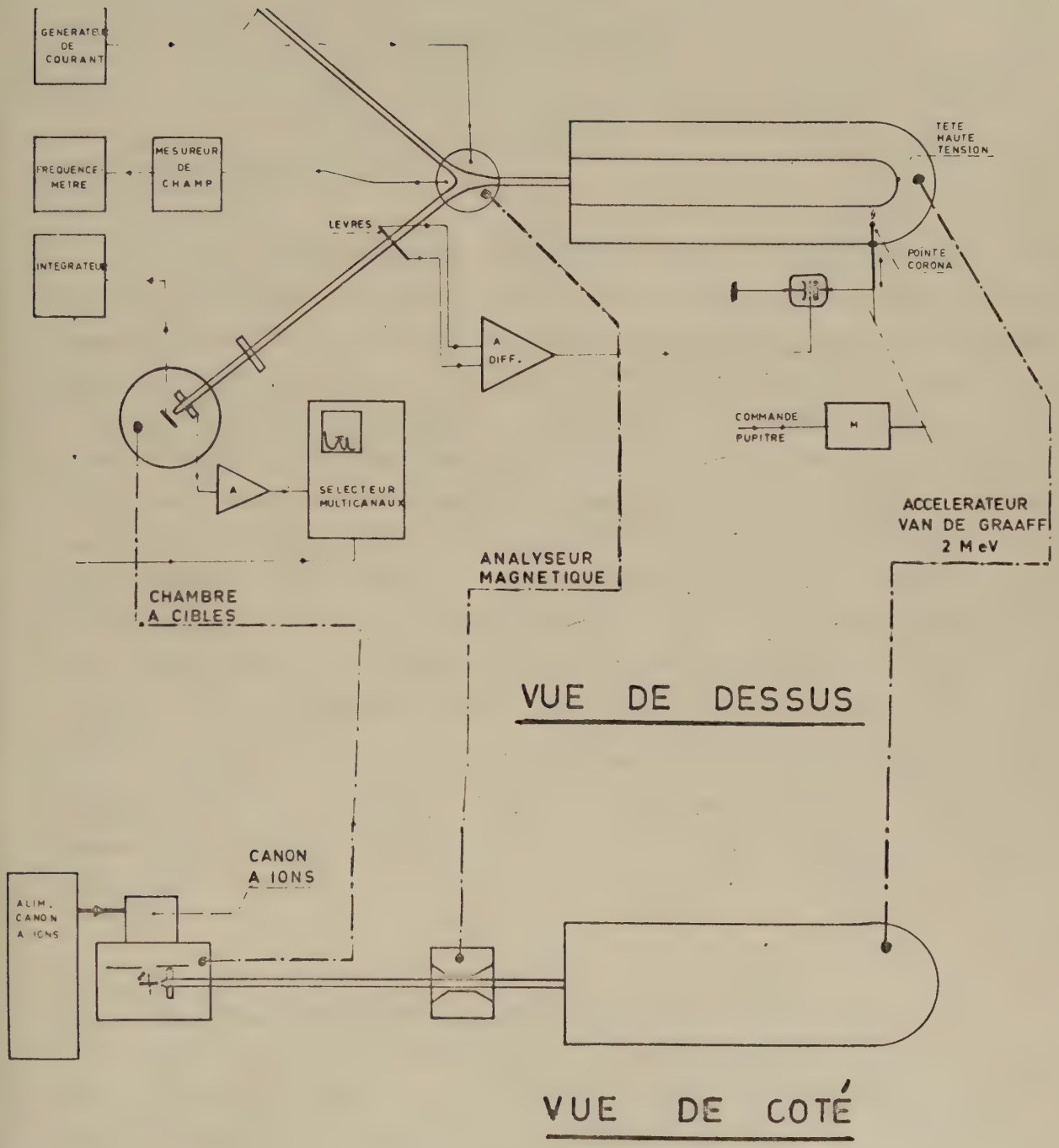


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

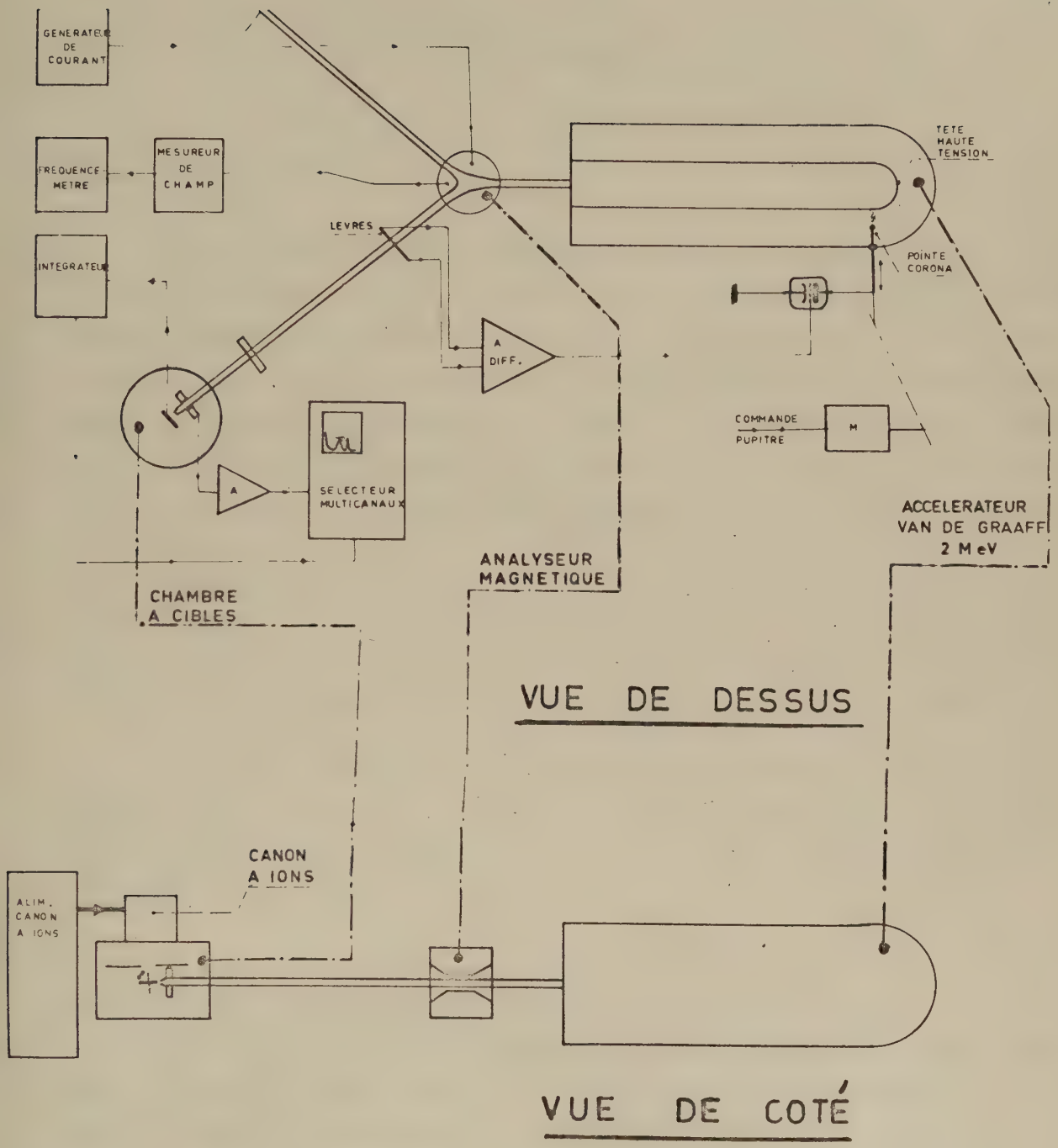


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

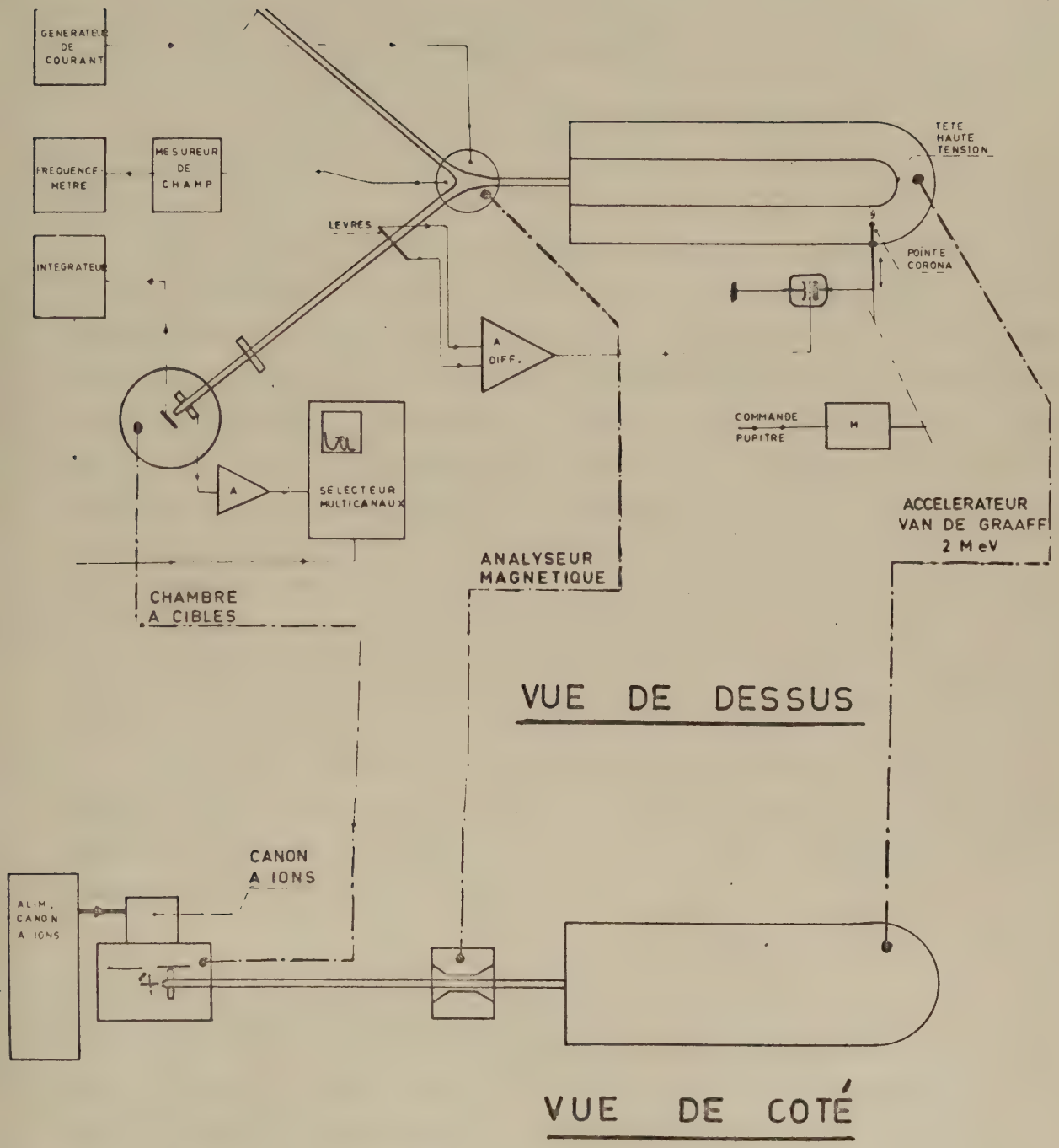


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

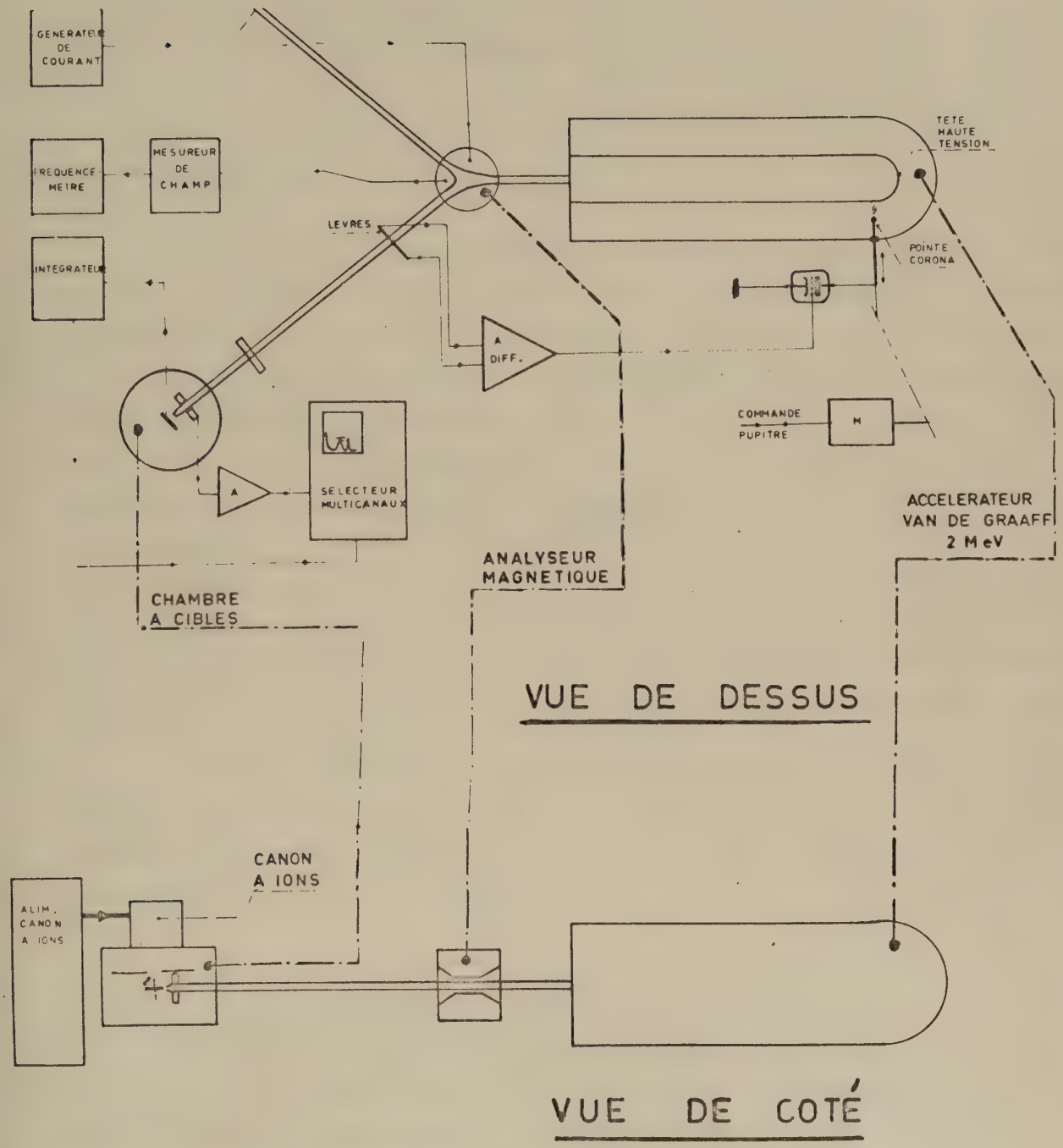


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

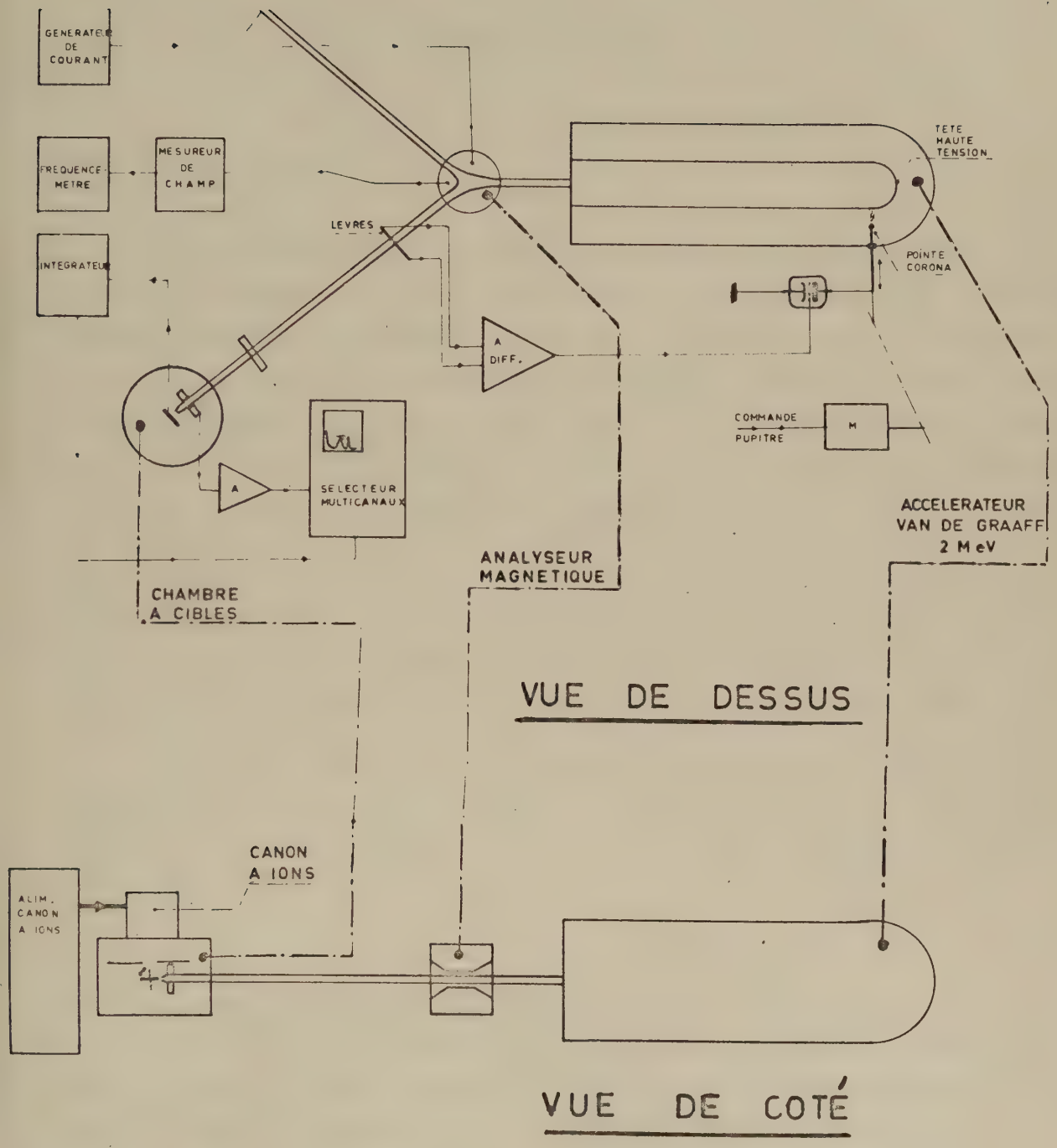


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

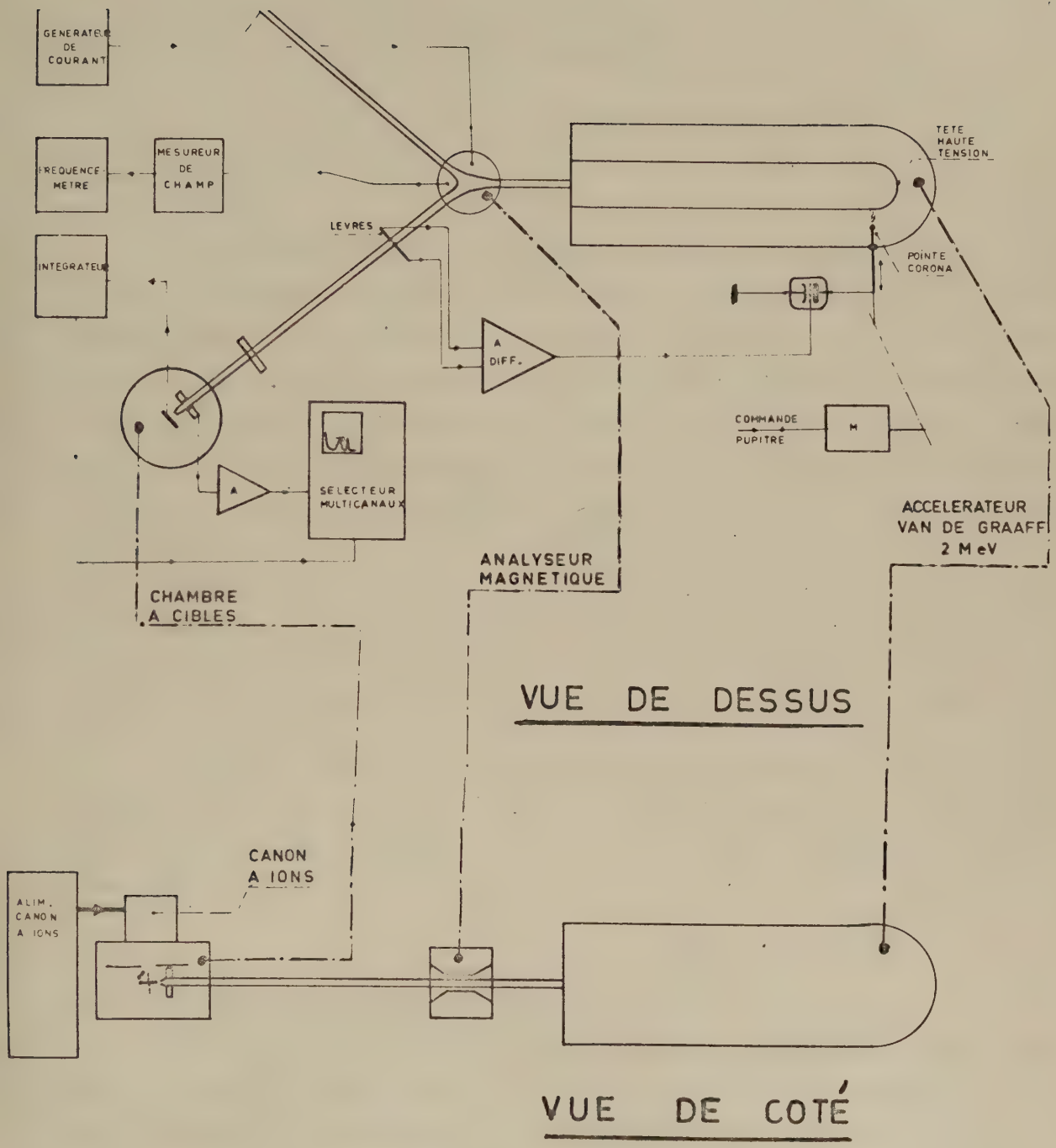


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

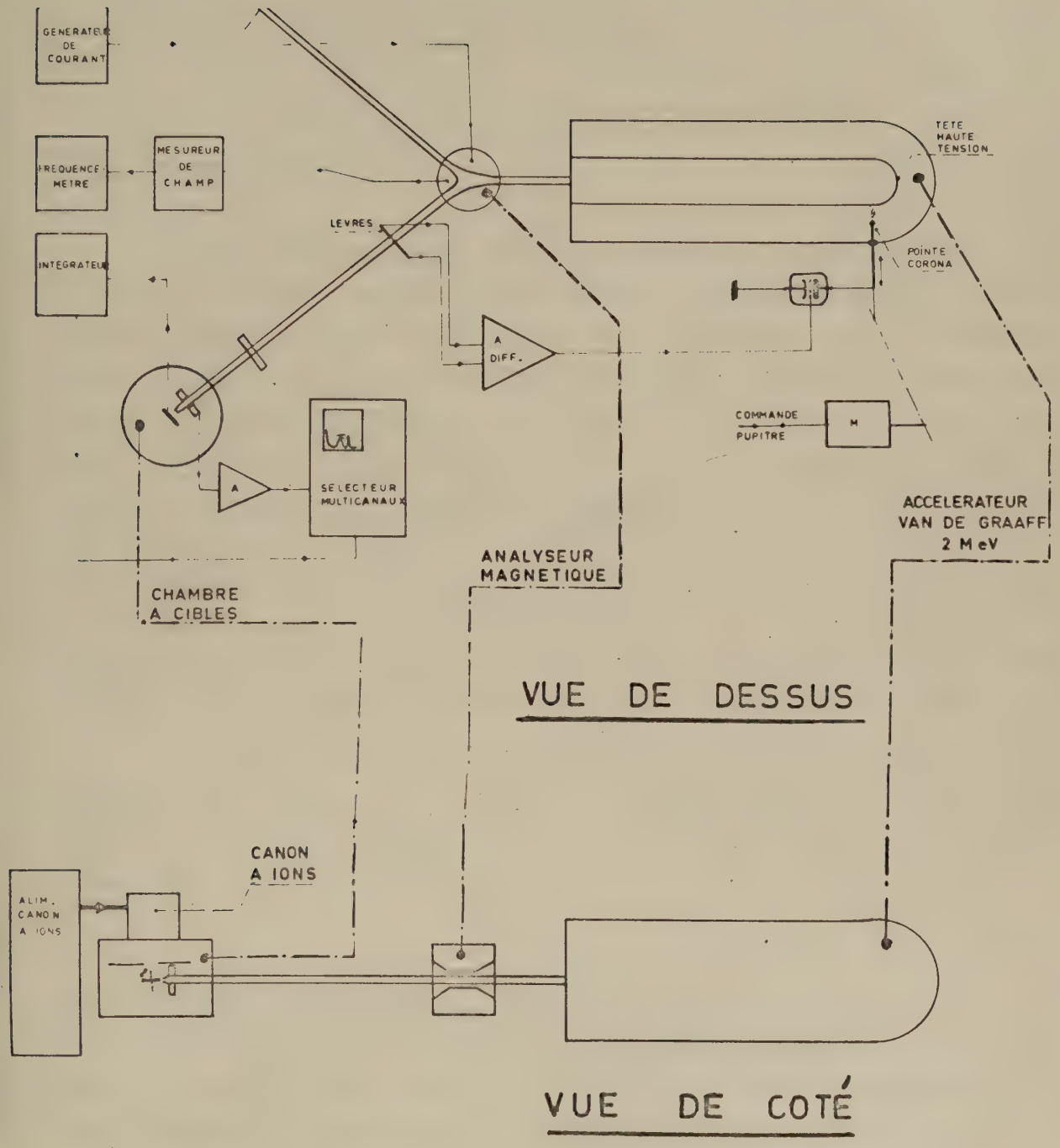


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

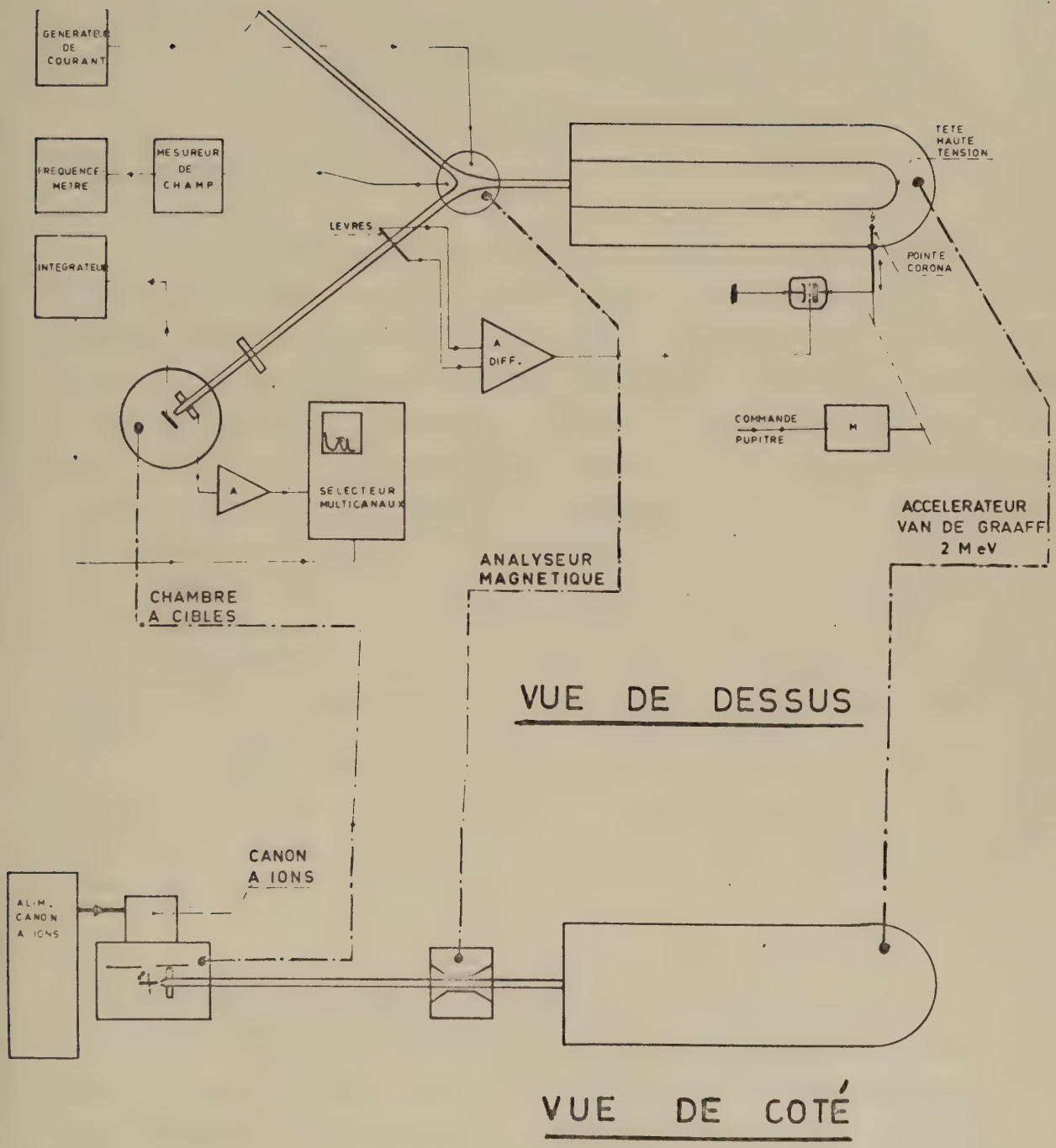


FIG. 5 ENSEMBLE D'ANALYSE

CHAPITRE V

ETUDE du SYSTEME

V.1. - ETUDE DU VIDE -

En micro-analyse il est important de disposer d'une enceinte à vide "propre" ; en effet, on doit souvent mesurer de faibles quantités d'impuretés appartenant à un substrat. Il est donc nécessaire de ne pas perturber la mesure par un apport parasite de d'impuretés de même type dues aux mauvaises conditions de l'expérience. La mesure sera d'autant meilleure que le vide à l'intérieur de la chambre à cibles sera plus poussé ; en effet, certains gaz constituant l'atmosphère résiduelle peuvent s'adsorber à la surface des échantillons et même avoir des réactions chimiques avec ceux-ci. Il est ainsi difficile de différencier les impuretés propres au substrat et les impuretés superficielles dues à la contamination du mauvais vide. Un vide propre sera donc un vide tel que les pressions partielles des gaz perturbant l'expérience soient aussi faibles que possible (oxygène, azote, CO_2, eau).

Le vide à l'intérieur de l'enceinte est le résultat d'un équilibre (*Fig.6,7*) entre les diverses formes de pompage et les diverses sources gazeuses (micro-fuite, dégazage, introduction d'argon ...). Nous examinerons chacun des facteurs de cet équilibre.

V.1.1. Système de pompage principal -

Celui-ci est réalisé au moyen d'un groupe composé d'une pompe à palettes munie d'un piège à azote liquide et d'une pompe secondaire à diffusion de vapeur de mercure dont la vitesse de pompage est de 600 l/s. Celle-ci est munie d'un piège à azote liquide permettant la condensation des vapeurs de mercure.

La vitesse de pompage au niveau de l'enceinte est réduite d'un facteur important par la présence d'un piège à azote liquide, d'un baffle, d'un conduit coudé de diamètre 10 cm raccordant la pompe à l'enceinte. D'autre part, le pompage à l'intérieur du canon à ions doit être effectué à travers le système d'extraction et d'accélération du canon à ions qui est constitué

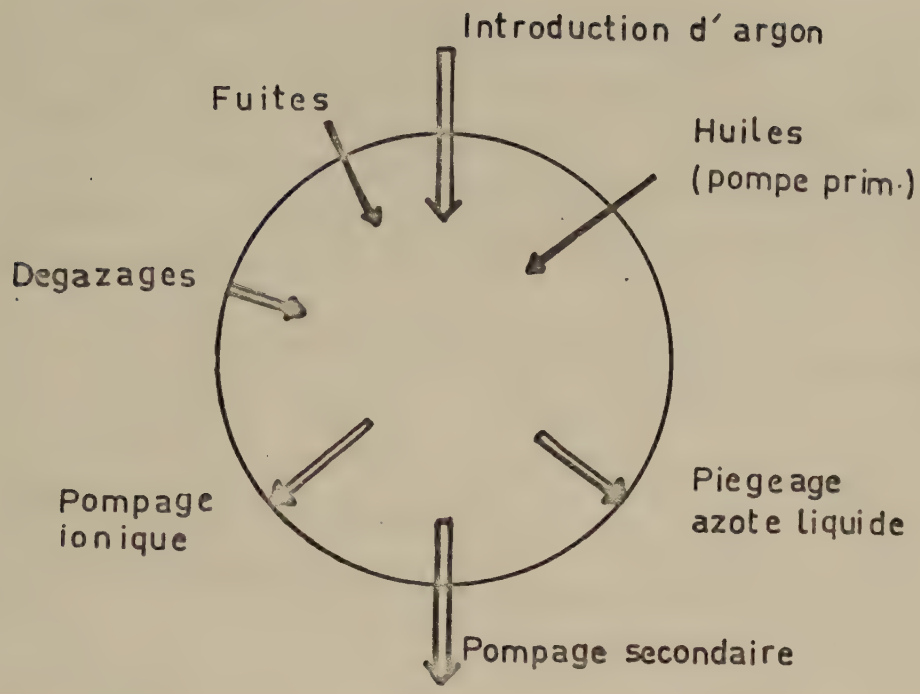


FIG.6 -LE VIDE DANS LA CHAMBRE A CIBLES COMME RESULTAT D'UN EQUILIBRE

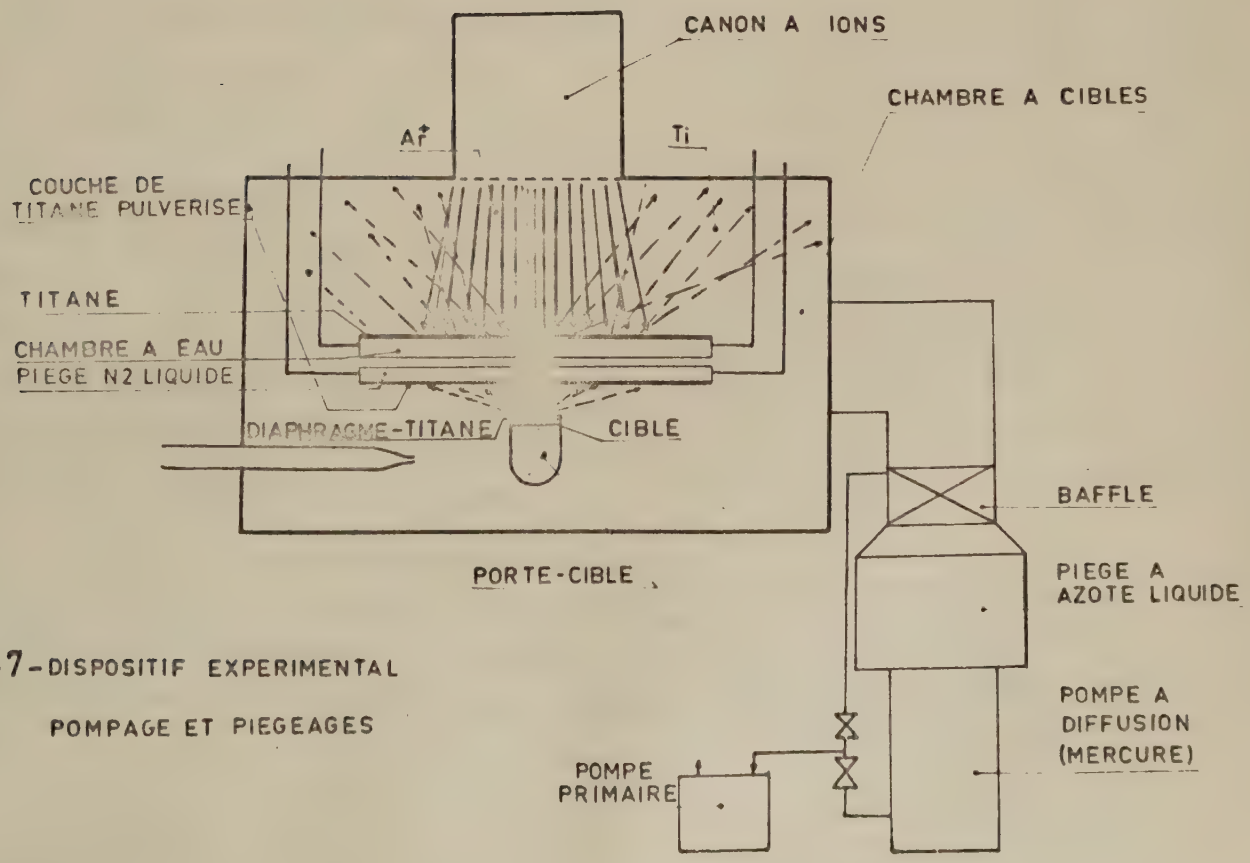


FIG.7-DISPOSITIF EXPERIMENTAL

POMPAGE ET PIEGEAGES

de trois grilles de diamètre 10 cm percées de 379 trous de diamètre 3 mm. Pour calculer la conductance, nous admettrons que chaque trou de grille se comporte comme un conduit de diamètre 3 mm et de longueur égale à la distance des faces extérieures des grilles G1 et G3. La conductance de l'ensemble des grilles est donc égale à la conductance de 379 conduits élémentaires en parallèle.

En régime moléculaire, la conductance est donnée par la formule :

$$C = \frac{8}{3} \frac{R^3}{L} \sqrt{\frac{\Pi k T}{2 m}} \qquad /43/$$

m étant la masse moléculaire du gaz.

Pratiquement cette formule donne pour l'air :

$$C_{l.s^{-1}} = 12,1 \left(\frac{D^3}{L}\right) \text{ cm}$$

Pour l'argon :

$$C_{l.s^{-1}} = 10,5 \left(\frac{D^3}{L}\right) \text{ cm}$$

La conductance calculée de l'ensemble des grilles est donc :

123 l/s pour l'air et
106 l/s pour l'argon.

La vitesse de pompage au niveau de l'enceinte est de l'ordre de 100 l/S. Ceci nous permet d'évaluer la différence de pression entre la source et la chambre. En effet, le flux gazeux (en dehors de tout dégazage) est donc, la pression P régnant dans l'enceinte, égal à 100 x P lxtorr/s. La conductance des grilles étant égale à 100 l/s, la différence de pression est donc égale à P. La pression est donc deux fois plus élevée dans la source que dans l'enceinte.

En présence de dégazage de l'enceinte, le calcul n'est plus valable et le rapport de pression est plus faible. En fait le dégazage de l'enceinte est négligeable à la pression de fonctionnement du canon à ions (quelques 10^{-4} torr), la pression limite de l'enceinte étant $<10^{-5}$ torr.

La pression est mesurée au niveau de l'enceinte au moyen d'une jauge de Penning. Sa précision n'est pas excellente, mais sa robustesse en fait un appareil très indiqué pour ce genre d'expérience. En effet, la pression dans l'enceinte varie fréquemment : la phase analyse exige une très basse pression et la phase abrasion (fonctionnement du canon à ions) une pression de l'ordre de 10^{-4} torr.

V.1.2. Pompage ionique par pulvérisation -

Nous avons mis à profit l'existence d'un faisceau d'ions argon d'énergie 1 kV et dont l'intensité totale est de l'ordre de 100 mA pour créer un pompage ionique dans l'enceinte. En effet, une faible partie du faisceau est utilisée pour l'abrasion de l'échantillon à analyser (généralement, on sélectionne un sous-faisceau central de 1 cm^2, éventuellement, mais rarement, de section plus large ; l'intensité du sous-faisceau est de l'ordre de 1 mA). La plus grande partie du faisceau serait donc inutile pour la mesure.

a) - Rappel -

Rappelons brièvement le principe du pompage ionique par pulvérisation et ses qualités. Nous nous référons à la description de R. GERBIER /43/.

Une décharge est produite dans un gaz à basse pression au moyen d'un champ électrique intense auquel on superpose un champ magnétique augmentant la densité d'ionisation (décharge de Penning). Les ions atteignent la cathode de titane avec une grande énergie ; on assiste alors au phénomène de pulvérisation (sputtering), c'est-à-dire arrachement d'atomes de la cathode dû au bombardement ionique.

La fixation des atomes et des ions du gaz résiduel se fait à plusieurs niveaux ; d'abord ensevelissement partiel de certains ions dans la cathode, combinaisons chimiques de certains ions avec la paroi et fixation au niveau des gaz résiduels par les atomes de titane pulvérisés. Ce dernier phénomène est très important.

Le mécanisme de pompage dépend de la nature du gaz. Dans le cas des gaz actifs comme l'azote et l'oxygène, il y a une combinaison chimique avec le titane (les composés formés avec le titane sont stables jusqu'à très hautes températures). L'efficacité du pompage pour ces deux gaz est assez élevée ; ce qui est important dans notre cas car ce sont en général les gaz

actifs qui perturbent l'expérience. En effet, ceux-ci peuvent induire des réactions chimiques avec le substrat à analyser et fausser le résultat de la mesure. Le pompage de l'argon est plus complexe. En fait, les ions argon précipités sur la cathode sont implantés dans celle-ci ; le phénomène atteint vite la saturation. Le régime d'équilibre étant atteint, la vitesse de pompage de l'argon tombe à une valeur faible très inférieure à celle de l'oxygène par exemple. Ceci n'est pas un inconvénient pour nous, en effet l'argon étant un gaz inerte, il perturbe très peu les analyses et il n'est que peu important de réduire la pression partielle de l'argon dans l'enceinte à vide.

b)- Notre dispositif de pompage ionique -

Le système de diaphragmes permettant de sélectionner le sous-faisceau nécessaire à l'abrasion comporte une chambre à eau annulaire de diamètre 20 cm en acier inoxydable recouverte de titane de 1 mm d'épaisseur (cette plaque est amovible). Cette chambre à eau permet de maintenir l'ensemble à température constante. La plus grande partie du faisceau d'ions est alors interceptée par le diaphragme de titane. Dans cette gamme d'énergies, le rendement de pulvérisation est voisin de 1, le nombre d'atomes de titane pulvérisés, et se dirigeant vers les parois de l'enceinte, est donc égal au nombre d'ions d'argon tombant sur le diaphragme, soit :

$n = 5.10^{17}$ at/s

Si chaque atome de titane pulvérisé piège une molécule gazeuse, la vitesse de pompage équivalente est alors :

$$\frac{5.10^{17} \cdot 22,4 \cdot 760}{6,02.10^{23}} = 1,40.10^{-2} \text{ litre.torr/s.}$$

Soit à la pression de 10^{-5} torr, S = 1400 l/s.

En fait, chaque atome de titane libre ou déposé sur les parois ne piège pas une molécule parasite, la valeur S = 1400 l/s est donc une valeur supérieure à l'efficacité que l'on peut attendre de notre dispositif.

c)- Efficacité du dispositif -

L'efficacité se situe à deux niveaux :

- pompage ionique proprement dit (piégeage par les atomes de titane pulvérisés en mouvement dans l'atmosphère résiduelle, phénomène accentué par les effets du transport du faisceau ionique ;

- piégeage dû aux atomes de titane collectés sur les parois. Cet effet persiste pendant un certain temps après l'arrêt du fonctionnement du canon à ions.

La surface collectrice des atomes de titane pulvérisés est constituée de la partie inférieure du plateau supportant le canon à ions et de la paroi interne de la chambre à cibles, ce qui constitue une surface de l'ordre de 4000 cm^2. L'action de piégeage de la couche de titane pulvérisée sur cette paroi est très efficace ; en effet, la courbe P (t) (*Fig.8*) montre la variation de la pression dans l'enceinte au cours de l'expérience. La pression limite due au pompage principal est de l'ordre de 1 à 2.10^{-5} torr ; c'est la pression qui règne avant le fonctionnement du canon à ions. Pendant le fonctionnement de celui-ci, la pression totale est portée à une valeur nettement supérieure par l'introduction d'argon ; après l'interruption du fonctionnement de celui-ci, on constate que la pression dans l'enceinte est inférieure à la pression limite précédente.

L'abaissement relatif de la pression est de l'ordre de 2 ou même 3 ; après l'interruption du fonctionnement, la pression remonte de façon monotone vers la pression limite (*Fig.8*), la pression limite est atteinte pour un temps de l'ordre de 20 mn. Ces faits s'expliquent simplement par l'action du piégeage ionique pendant le fonctionnement du canon à ions et par la continuation du pompage par gettering après l'arrêt de celui-ci dû au dépôt actif de titane sur les parois. L'action de gettering diminuant avec le temps, la surface active apparente diminue jusqu'à la saturation de celle-ci. Le piégeage est alors nul et la pression est alors définie par l'équilibre entre le taux de fuite de l'enceinte et la vitesse de pompage principal.

On peut affirmer d'autre part que la pression résiduelle de gaz actifs est, pendant le fonctionnement du canon à ions, inférieure à celle que l'on mesure juste après l'arrêt du fonctionnement ; en effet, on a alors en plus du pompage par piégeage sur les parois, le pompage ionique proprement dit. On peut donc schématiser l'évolution de la pression résiduelle de gaz

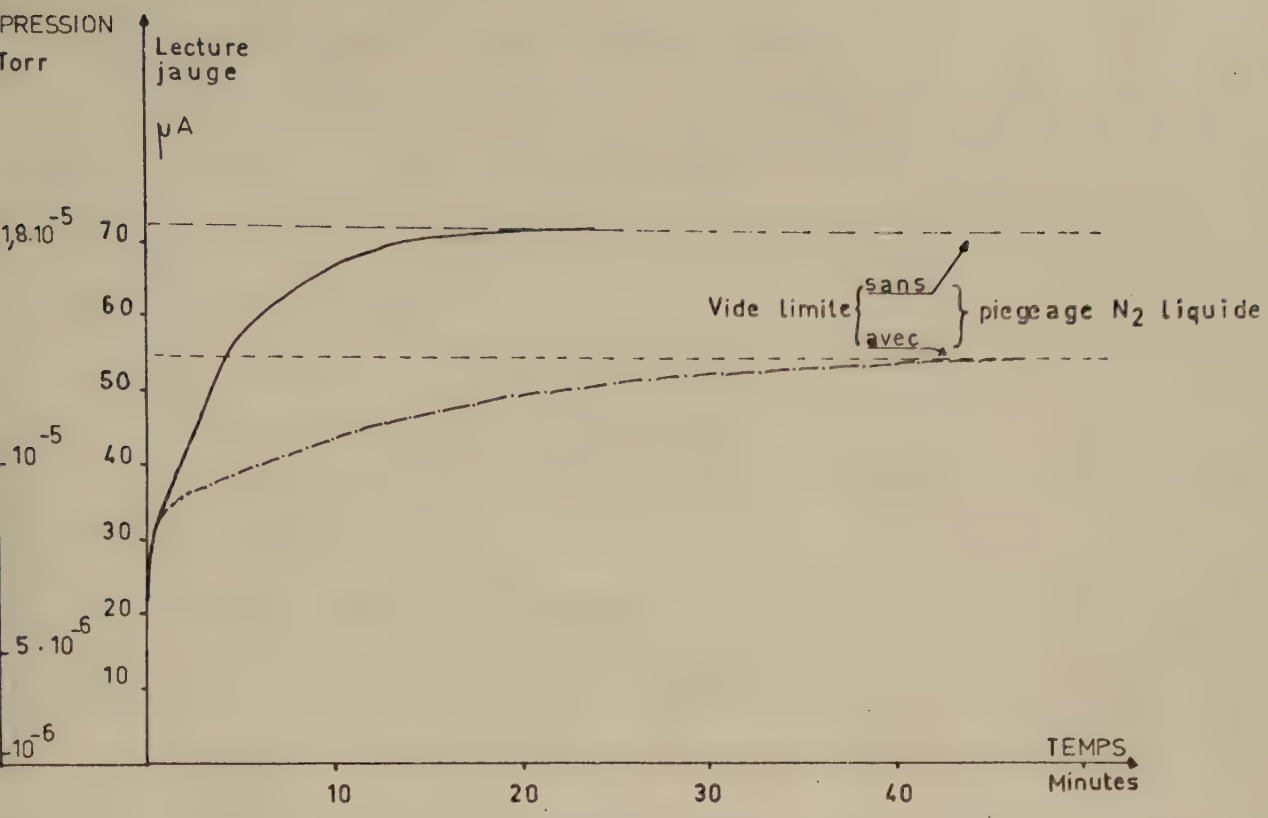


FIG. 8 EVOLUTION DE LA PRESSION APRES INTERRUPTION DU CANON A IONS, AVEC ET SANS PIEGEAGE N_2 LIQUIDE

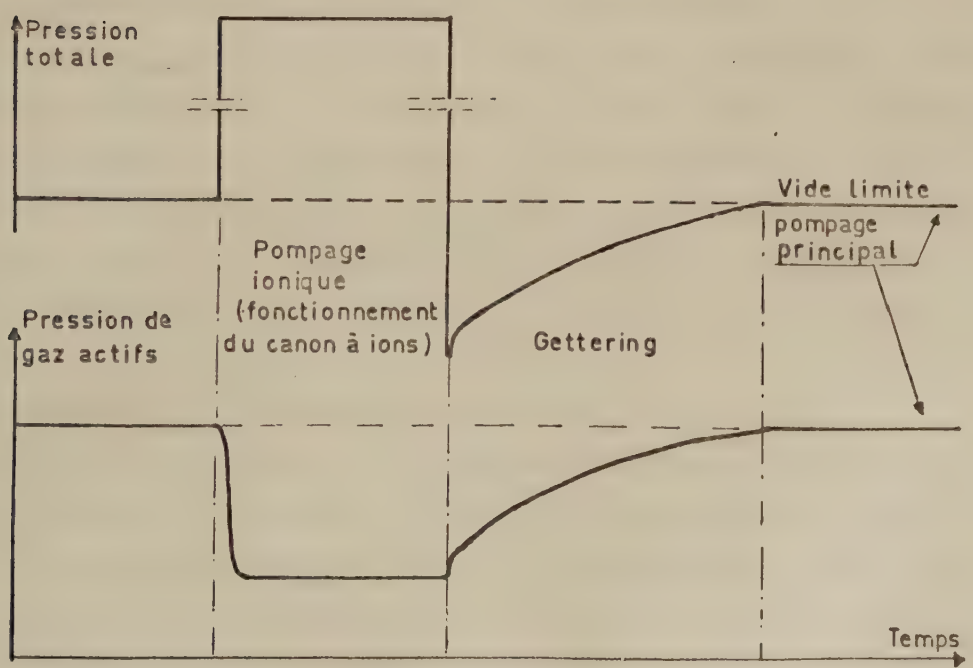


FIG.9 SCHEMATISATION DE L'EVOLUTION DE LA PRESSION, DUE AU FONCTIONNEMENT DU CANON A IONS

actifs, avant, pendant et après l'abrasion (*fig.9*).

Nous pouvons estimer la vitesse de pompage équivalente de gettering sur les parois ; en effet, l'abaissement de la pression limite d'un facteur 2 permet d'évaluer l'efficacité de ce pompage par rapport au pompage principal dont la vitesse est de l'ordre de 100 l/s. En effet, une pression limite est définie par :

$$\emptyset_f = P \times S$$

P étant la pression dans l'enceinte,

S la vitesse de pompage au niveau de l'enceinte,

$\emptyset_f$ le flux de fuite.

Dans notre cas, $\emptyset_f$ est pratiquement constant ; P étant abaissé d'un facteur 2, ceci entraîne que la vitesse de pompage équivalente est donc 2 fois supérieure en présence de gettering sur les parois. On peut donc dire que la vitesse de pompage équivalente est alors égale à la vitesse de pompage principal soit 100 l/s.

Nous avons donc montré que l'adjonction de ce mode de pompage apporte une amélioration sensible aux conditions de l'expérience.

V.1.3. Piégeage à la température de l'azote liquide -

Une chambre à azote liquide cylindrique et annulaire, d'épaisseur 1 cm et de diamètre 10 cm, contribue à l'amélioration du piégeage directement à l'intérieur de l'enceinte et au voisinage de l'échantillon à analyser. Cette chambre est isolée de la chambre à eau formant le premier diaphragme au moyen d'un disque de téflon ; elle est protégée du faisceau par un diaphragme "intérieur" définissant le faisceau au voisinage de l'échantillon et isolé par rapport à la chambre.

L'efficacité du dispositif se situe à deux niveaux :

- Au niveau de la pression totale dans l'enceinte ; en effet, le piège à azote liquide est un mauvais système de cryopompage pour l'air, mais il a une certaine efficacité pour H_2O, CO_2, les éléments hydrocarbonés. La pression limite dans l'enceinte est donc abaissée (*Fig. 8*) et la remontée de pression après le fonctionnement du canon à ions est plus lente (30 à 40 minutes) à cause du pompage supplémentaire créé par le dispositif (*Fig.8*). On a donc ainsi amélioré la qualité du vide pendant l'abrasion (pompage ionique + cryopompage), pendant l'analyse en rendant la pression quasi

stationnaire à son niveau le plus bas (en effet, la durée de l'analyse est généralement plus courte que le temps de remontée de la pression).

- A un niveau plus localisé dans l'enceinte : lors d'une expérience, l'échantillon peut être abrasé sur une profondeur qui est souvent de l'ordre du micron. La matière pulvérisée est collectée sur le diaphragme définissant le faisceau. Il a été constaté qu'en l'absence de refroidissement, le collecteur pouvait arriver rapidement à la saturation. On assiste alors à un redépôt sur l'échantillon provenant du diaphragme. La mesure est alors faussée par ce phénomène, car on peut assister à des remontées de concentration mesurée d'un facteur 10 ou plus. Ceci limite donc la durée possible de l'expérience et entraîne une obligation de nettoyer ou changer le collecteur chaque fois que la saturation est atteinte. Le remplacement du diaphragme à température ambiante par un diaphragme refroidi à l'azote liquide résoud en partie le problème. La fixation est en effet beaucoup plus efficace et l'on n'est plus gêné par ce phénomène de redépôt (l'efficacité est en effet démontrée par le fait que si l'on laisse réchauffer le piège, on assiste alors au phénomène de redépôt).

V.1.4. Analyse des gaz résiduels -

Nous avons donc mis au point un ensemble de pompage et de piégeage (*Fig.7*) permettant d'améliorer les conditions de l'expérience, en particulier, d'améliorer la sensibilité des analyses. L'efficacité de ces dispositifs a été mise en évidence indirectement au cours des analyses effectuées. Un contrôle plus direct de ce résultat nous a paru nécessaire ; pour cette raison, nous avons décidé d'effectuer une analyse des gaz résiduels de l'enceinte. Il est important d'effectuer cette analyse afin de comparer les taux de concentration des divers gaz en vide limite de pompage principal, pendant le pompage ionique, et pendant la phase d'analyse, c'est-à-dire, avec pompage ionique et cryogénique.

On trouve dans le commerce des analyseurs de gaz résiduels permettant de faire cette analyse dans une gamme de pressions assez étendue. Ils comportent un système d'ionisation du gaz, d'accélération des ions formés, et d'analyse du rapport q/M. L'analyse de ce rapport est réalisé le plus fréquemment, soit par un analyseur magnétique, soit par un filtre de masse quadripolaire. C'est un tel spectromètre qui a été utilisé dans notre

expérience ; celui-ci possède l'avantage de présenter l'analyse de l'atmosphère résiduelle sous forme d'un spectre dont les pics successifs sont fournis par les courants d'ions de diverses masses, l'échelle de masse étant linéaire. L'analyse peut se faire jusqu'à des masses très élevées.

Nous avons réalisé des spectres de l'atmosphère résiduelle :
- dans le cas du vide limite dû au pompage principal (pompe à diffusion),
- dans le même cas avec introduction d'argon,
- le canon à ions étant en fonctionnement,
- le canon à ions en fonctionnement, le piège à azote liquide étant refroidi,
- après l'interruption du canon à ions et du piégeage à azote liquide.

Toutes ces mesures ont été effectuées en mettant en évidence l'influence du temps (temps de fonctionnement du canon à ions, durée du piégeage à azote liquide, etc ...).

De façon générale les éléments de l'atmosphère résiduelle donnent des pics aux rapports M/q correspondant à une simple ionisation, une double ionisation, soit à une simple ionisation de la molécule dissociée.

Par exemple, on obtient pour :

Ar : Ar^+ , Ar^{++}
N_2 : N_2^+ , N^+
O_2 : O_2^+ , O^+
H_2O : H_2O^+ , HO^+

De plus, dans le cas d'analyses très sensibles, les combinaisons diatomiques entre isotopes sont à l'origine de pics de faibles hauteurs voisins de ceux correspondant à l'isotope principal, augmentant la complexité du spectre. Des tables existent permettant de déterminer pour un rapport M/q donné la molécule ou les molécules d'origine. Si l'on veut à partir du spectre tracé à une pression totale déterminée, évaluer les pressions partielles des gaz constituant l'atmosphère, il est nécessaire d'effectuer un traitement mathématique dont la complexité dépend du nombre de pics présents dans le spectre /44/. En effet, l'efficacité d'ionisation varie d'un gaz à l'autre, c'est-à-dire que pour un même nombre d'atomes (ou molécules) par cm^3 la hauteur des pics de deux gaz différents ne sera pas égale. De plus, dans chaque pic, il peut exister une contribution d'ions différents issus de molécules gazeuses différentes. Le problème est donc de séparer dans chaque pic la contribution de chaque type de gaz ; une pondération tenant compte des efficacités d'ionisations (généralement entre 0,5 et 2) permet d'évaluer la

expérience ; celui-ci possède l'avantage de présenter l'analyse de l'atmosphère résiduelle sous forme d'un spectre dont les pics successifs sont fournis par les courants d'ions de diverses masses, l'échelle de masse étant linéaire. L'analyse peut se faire jusqu'à des masses très élevées.

Nous avons réalisé des spectres de l'atmosphère résiduelle :
- dans le cas du vide limite dû au pompage principal (pompe à diffusion),
- dans le même cas avec introduction d'argon,
- le canon à ions étant en fonctionnement,
- le canon à ions en fonctionnement, le piège à azote liquide étant refroidi,
- après l'interruption du canon à ions et du piégeage à azote liquide.

Toutes ces mesures ont été effectuées en mettant en évidence l'influence du temps (temps de fonctionnement du canon à ions, durée du piégeage à azote liquide, etc ...).

De façon générale les éléments de l'atmosphère résiduelle donnent des pics aux rapports M/q correspondant à une simple ionisation, une double ionisation, soit à une simple ionisation de la molécule dissociée.

Par exemple, on obtient pour :

Ar : Ar^+ , Ar^{++}
N_2 : N_2^+ , N^+
O_2 : O_2^+ , O^+
H_2O : H_2O^+ , HO^+

De plus, dans le cas d'analyses très sensibles, les combinaisons diatomiques entre isotopes sont à l'origine de pics de faibles hauteurs voisins de ceux correspondant à l'isotope principal, augmentant la complexité du spectre. Des tables existent permettant de déterminer pour un rapport M/q donné la molécule ou les molécules d'origine. Si l'on veut à partir du spectre tracé à une pression totale déterminée, évaluer les pressions partielles des gaz constituant l'atmosphère, il est nécessaire d'effectuer un traitement mathématique dont la complexité dépend du nombre de pics présents dans le spectre /44/. En effet, l'efficacité d'ionisation varie d'un gaz à l'autre, c'est-à-dire que pour un même nombre d'atomes (ou molécules) par cm^3 la hauteur des pics de deux gaz différents ne sera pas égale. De plus, dans chaque pic, il peut exister une contribution d'ions différents issus de molécules gazeuses différentes. Le problème est donc de séparer dans chaque pic la contribution de chaque type de gaz ; une pondération tenant compte des efficacités d'ionisations (généralement entre 0,5 et 2) permet d'évaluer la

expérience ; celui-ci possède l'avantage de présenter l'analyse de l'atmosphère résiduelle sous forme d'un spectre dont les pics successifs sont fournis par les courants d'ions de diverses masses, l'échelle de masse étant linéaire. L'analyse peut se faire jusqu'à des masses très élevées.

Nous avons réalisé des spectres de l'atmosphère résiduelle :
- dans le cas du vide limite dû au pompage principal (pompe à diffusion),
- dans le même cas avec introduction d'argon,
- le canon à ions étant en fonctionnement,
- le canon à ions en fonctionnement, le piège à azote liquide étant refroidi,
- après l'interruption du canon à ions et du piégeage à azote liquide.

Toutes ces mesures ont été effectuées en mettant en évidence l'influence du temps (temps de fonctionnement du canon à ions, durée du piégeage à azote liquide, etc ...).

De façon générale les éléments de l'atmosphère résiduelle donnent des pics aux rapports M/q correspondant à une simple ionisation, une double ionisation, soit à une simple ionisation de la molécule dissociée.

Par exemple, on obtient pour :

Ar : Ar^+ , Ar^{++}
N_2 : N_2^+ , N^+
O_2 : O_2^+ , O^+
H_2O : H_2O^+ , HO^+

De plus, dans le cas d'analyses très sensibles, les combinaisons diatomiques entre isotopes sont à l'origine de pics de faibles hauteurs voisins de ceux correspondant à l'isotope principal, augmentant la complexité du spectre. Des tables existent permettant de déterminer pour un rapport M/q donné la molécule ou les molécules d'origine. Si l'on veut à partir du spectre tracé à une pression totale déterminée, évaluer les pressions partielles des gaz constituant l'atmosphère, il est nécessaire d'effectuer un traitement mathématique dont la complexité dépend du nombre de pics présents dans le spectre /44/. En effet, l'efficacité d'ionisation varie d'un gaz à l'autre, c'est-à-dire que pour un même nombre d'atomes (ou molécules) par cm^3 la hauteur des pics de deux gaz différents ne sera pas égale. De plus, dans chaque pic, il peut exister une contribution d'ions différents issus de molécules gazeuses différentes. Le problème est donc de séparer dans chaque pic la contribution de chaque type de gaz ; une pondération tenant compte des efficacités d'ionisations (généralement entre 0,5 et 2) permet d'évaluer la

expérience ; celui-ci possède l'avantage de présenter l'analyse de l'atmosphère résiduelle sous forme d'un spectre dont les pics successifs sont fournis par les courants d'ions de diverses masses, l'échelle de masse étant linéaire. L'analyse peut se faire jusqu'à des masses très élevées.

Nous avons réalisé des spectres de l'atmosphère résiduelle :
- dans le cas du vide limite dû au pompage principal (pompe à diffusion),
- dans le même cas avec introduction d'argon,
- le canon à ions étant en fonctionnement,
- le canon à ions en fonctionnement, le piège à azote liquide étant refroidi,
- après l'interruption du canon à ions et du piégeage à azote liquide.

Toutes ces mesures ont été effectuées en mettant en évidence l'influence du temps (temps de fonctionnement du canon à ions, durée du piégeage à azote liquide, etc ...).

De façon générale les éléments de l'atmosphère résiduelle donnent des pics aux rapports M/q correspondant à une simple ionisation, une double ionisation, soit à une simple ionisation de la molécule dissociée.

Par exemple, on obtient pour :

Ar : Ar^+ , Ar^{++}
N_2 : N_2^+ , N^+
O_2 : O_2^+ , O^+
H_2O : H_2O^+ , HO^+

De plus, dans le cas d'analyses très sensibles, les combinaisons diatomiques entre isotopes sont à l'origine de pics de faibles hauteurs voisins de ceux correspondant à l'isotope principal, augmentant la complexité du spectre. Des tables existent permettant de déterminer pour un rapport M/q donné la molécule ou les molécules d'origine. Si l'on veut à partir du spectre tracé à une pression totale déterminée, évaluer les pressions partielles des gaz constituant l'atmosphère, il est nécessaire d'effectuer un traitement mathématique dont la complexité dépend du nombre de pics présents dans le spectre /44/. En effet, l'efficacité d'ionisation varie d'un gaz à l'autre, c'est-à-dire que pour un même nombre d'atomes (ou molécules) par cm^3 la hauteur des pics de deux gaz différents ne sera pas égale. De plus, dans chaque pic, il peut exister une contribution d'ions différents issus de molécules gazeuses différentes. Le problème est donc de séparer dans chaque pic la contribution de chaque type de gaz ; une pondération tenant compte des efficacités d'ionisations (généralement entre 0,5 et 2) permet d'évaluer la

expérience ; celui-ci possède l'avantage de présenter l'analyse de l'atmosphère résiduelle sous forme d'un spectre dont les pics successifs sont fournis par les courants d'ions de diverses masses, l'échelle de masse étant linéaire. L'analyse peut se faire jusqu'à des masses très élevées.

Nous avons réalisé des spectres de l'atmosphère résiduelle :
- dans le cas du vide limite dû au pompage principal (pompe à diffusion),
- dans le même cas avec introduction d'argon,
- le canon à ions étant en fonctionnement,
- le canon à ions en fonctionnement, le piège à azote liquide étant refroidi,
- après l'interruption du canon à ions et du piégeage à azote liquide.

Toutes ces mesures ont été effectuées en mettant en évidence l'influence du temps (temps de fonctionnement du canon à ions, durée du piégeage à azote liquide, etc ...).

De façon générale les éléments de l'atmosphère résiduelle donnent des pics aux rapports M/q correspondant à une simple ionisation, une double ionisation, soit à une simple ionisation de la molécule dissociée.

Par exemple, on obtient pour :

Ar : Ar^+ , Ar^{++}
N_2 : N_2^+ , N^+
O_2 : O_2^+ , O^+
H_2O : H_2O^+ , HO^+

De plus, dans le cas d'analyses très sensibles, les combinaisons diatomiques entre isotopes sont à l'origine de pics de faibles hauteurs voisins de ceux correspondant à l'isotope principal, augmentant la complexité du spectre. Des tables existent permettant de déterminer pour un rapport M/q donné la molécule ou les molécules d'origine. Si l'on veut à partir du spectre tracé à une pression totale déterminée, évaluer les pressions partielles des gaz constituant l'atmosphère, il est nécessaire d'effectuer un traitement mathématique dont la complexité dépend du nombre de pics présents dans le spectre /44/. En effet, l'efficacité d'ionisation varie d'un gaz à l'autre, c'est-à-dire que pour un même nombre d'atomes (ou molécules) par cm^3 la hauteur des pics de deux gaz différents ne sera pas égale. De plus, dans chaque pic, il peut exister une contribution d'ions différents issus de molécules gazeuses différentes. Le problème est donc de séparer dans chaque pic la contribution de chaque type de gaz ; une pondération tenant compte des efficacités d'ionisations (généralement entre 0,5 et 2) permet d'évaluer la

expérience ; celui-ci possède l'avantage de présenter l'analyse de l'atmosphère résiduelle sous forme d'un spectre dont les pics successifs sont fournis par les courants d'ions de diverses masses, l'échelle de masse étant linéaire. L'analyse peut se faire jusqu'à des masses très élevées.

Nous avons réalisé des spectres de l'atmosphère résiduelle :
- dans le cas du vide limite dû au pompage principal (pompe à diffusion),
- dans le même cas avec introduction d'argon,
- le canon à ions étant en fonctionnement,
- le canon à ions en fonctionnement, le piège à azote liquide étant refroidi,
- après l'interruption du canon à ions et du piégeage à azote liquide.

Toutes ces mesures ont été effectuées en mettant en évidence l'influence du temps (temps de fonctionnement du canon à ions, durée du piégeage à azote liquide, etc ...).

De façon générale les éléments de l'atmosphère résiduelle donnent des pics aux rapports $\frac{M}{q}$ correspondant à une simple ionisation, une double ionisation, soit à une simple ionisation de la molécule dissociée.

Par exemple, on obtient pour :

Ar : Ar^+ , Ar^{++}
N_2 : N_2^+ , N^+
O_2 : O_2^+ , O^+
H_2O : H_2O^+ , HO^+

De plus, dans le cas d'analyses très sensibles, les combinaisons diatomiques entre isotopes sont à l'origine de pics de faibles hauteurs voisins de ceux correspondant à l'isotope principal, augmentant la complexité du spectre. Des tables existent permettant de déterminer pour un rapport M/q donné la molécule ou les molécules d'origine. Si l'on veut à partir du spectre tracé à une pression totale déterminée, évaluer les pressions partielles des gaz constituant l'atmosphère, il est nécessaire d'effectuer un traitement mathématique dont la complexité dépend du nombre de pics présents dans le spectre /44/. En effet, l'efficacité d'ionisation varie d'un gaz à l'autre, c'est-à-dire que pour un même nombre d'atomes (ou molécules) par cm^3 la hauteur des pics de deux gaz différents ne sera pas égale. De plus, dans chaque pic, il peut exister une contribution d'ions différents issus de molécules gazeuses différentes. Le problème est donc de séparer dans chaque pic la contribution de chaque type de gaz ; une pondération tenant compte des efficacités d'ionisations (généralement entre 0,5 et 2) permet d'évaluer la

expérience ; celui-ci possède l'avantage de présenter l'analyse de l'atmosphère résiduelle sous forme d'un spectre dont les pics successifs sont fournis par les courants d'ions de diverses masses, l'échelle de masse étant linéaire. L'analyse peut se faire jusqu'à des masses très élevées.

Nous avons réalisé des spectres de l'atmosphère résiduelle :
- dans le cas du vide limite dû au pompage principal (pompe à diffusion),
- dans le même cas avec introduction d'argon,
- le canon à ions étant en fonctionnement,
- le canon à ions en fonctionnement, le piège à azote liquide étant refroidi,
- après l'interruption du canon à ions et du piégeage à azote liquide.

Toutes ces mesures ont été effectuées en mettant en évidence l'influence du temps (temps de fonctionnement du canon à ions, durée du piégeage à azote liquide, etc ...).

De façon générale les éléments de l'atmosphère résiduelle donnent des pics aux rapports $\frac{M}{q}$ correspondant à une simple ionisation, une double ionisation, soit à une simple ionisation de la molécule dissociée.

Par exemple, on obtient pour :

Ar : Ar^+ , Ar^{++}
N_2 : N_2^+ , N^+
O_2 : O_2^+ , O^+
H_2O : H_2O^+ , HO^+

De plus, dans le cas d'analyses très sensibles, les combinaisons diatomiques entre isotopes sont à l'origine de pics de faibles hauteurs voisins de ceux correspondant à l'isotope principal, augmentant la complexité du spectre. Des tables existent permettant de déterminer pour un rapport M/q donné la molécule ou les molécules d'origine. Si l'on veut à partir du spectre tracé à une pression totale déterminée, évaluer les pressions partielles des gaz constituant l'atmosphère, il est nécessaire d'effectuer un traitement mathématique dont la complexité dépend du nombre de pics présents dans le spectre /44/. En effet, l'efficacité d'ionisation varie d'un gaz à l'autre, c'est-à-dire que pour un même nombre d'atomes (ou molécules) par cm^3 la hauteur des pics de deux gaz différents ne sera pas égale. De plus, dans chaque pic, il peut exister une contribution d'ions différents issus de molécules gazeuses différentes. Le problème est donc de séparer dans chaque pic la contribution de chaque type de gaz ; une pondération tenant compte des efficacités d'ionisations (généralement entre 0,5 et 2) permet d'évaluer la

pression partielle de chaque gaz par rapport à la pression totale.

A titre d'exemple, donnons le tableau des molécules de bases pour les rapports M/q qui nous intéressent (d'après /44/)

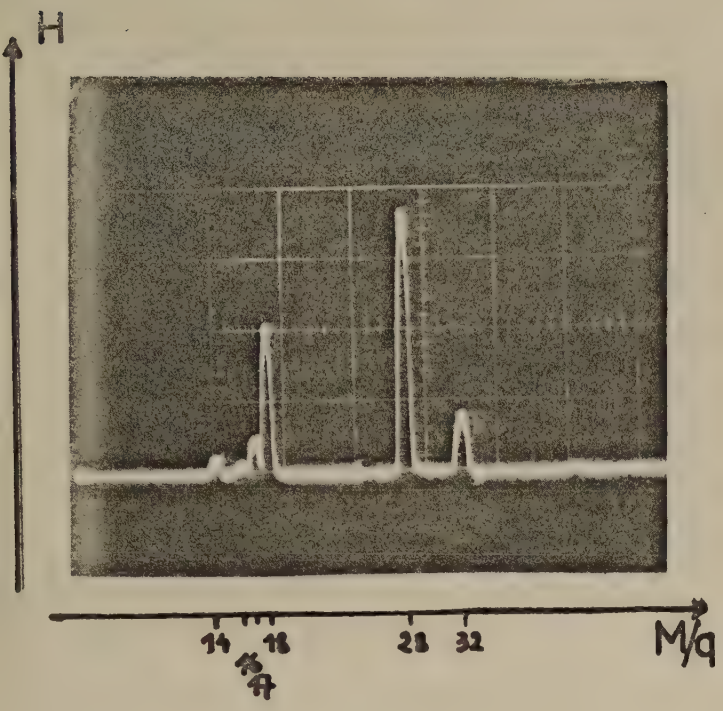
M/q	Ions	Molécules de base
1	H^+	H_2
2	H_2^+	H_2
12	C^+	CH_4, C_2H_4, CO, CO_2
14	N^+, CH_2^+, CO^{++}	N_2, NH_3, CH_4, C_2H_4, CO
16	O^+, CH_4^+, NH_2^+	H_2O, CO, CO_2, O_2, CH_4, NH_3
17	OH^+, NH_3^+	H_2O, NH_3
18	H_2O^+	H_2O
20	$^{20}Ne^+$, Ar^{++}	^{20}Ne, Ar
28	$C_2H_4^+$, CO^+, N_2^+	C_2H_4, CO, CO_2, N_2
32	O_2^+, S^+	O_2, SO_2, H_2S
40	Ar^+, $C_3H_4^+$	Ar, C_3H_6

a)- Pompage principal -

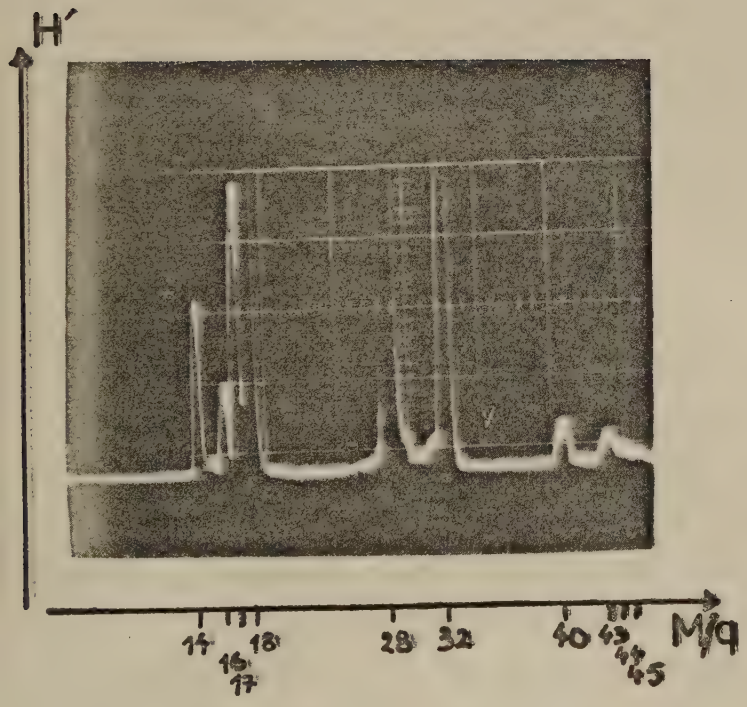
Le vide limite du pompage principal correspond à une pression résiduelle de l'ordre de 10^{-5} torr. On observe dans le spectre d'analyse les pics correspondant à :

M/q = 14, 15, 16, 17, 18, 28, 40, 43, 44.

Les pics 43, 44 et 45 sont plus facilement observables si le piège à azote liquide primaire n'est pas refroidi ; ils correspondent à la molécule organique C_3H_8. Le pic 44 correspond en outre au CO_2 (*Fig.10*). Une remarque importante concerne le pic 18 ; celui-ci est dû uniquement à la présence d'eau dans l'enceinte ; la concentration en vapeur d'eau résiduelle est donc très élevée puisque le pic 18 est d'amplitude comparable à celle du pic 28 correspondant aux ions $C_2H_4^+$, CO^+, et surtout N_2^+ qu'il est normal de trouver en concentration élevée puisque l'air atmosphérique est constitué de 80% d'azote. Le pic 17 correspond à l'ionisation avec



H : 1V/Cm



H' : 0,1V/Cm

FIG 10 SPECTRE D'ANALYSE DES GAZ RESIDUELS DANS LE CAS DU POMPAGE PRINCIPAL (DIFFUSION)

décomposition de la molécule H_2O par le filament chauffé de la source de l'analyseur de gaz et correspond à la réaction :

$$H_2O \rightarrow OH + H \nearrow$$

De façon générale, l'utilisation d'un filament chauffé émissif dans un analyseur de gaz rend le spectre d'analyse plus difficile d'interprétation ; en effet, le filament chauffé peu induire des réactions de combinaison avec certaines molécules de la phase gazeuse (par exemple l'oxydation) et des réactions de dissociation de molécules diatomiques.

Le tableau suivant donne les hauteurs relatives typiques des divers pics que l'on trouve à la pression de 10^{-5} torr (la normalisation étant effectuée sur le pic 28).

M/q	14	15	16	17	18	28	32	40	43	44
h	0,065	0,005	0,032	0,11	0,6	1	0,21	0,013	0,008	0,004

Si l'on arrive à diminuer la concentration résiduelle de vapeur d'eau, on gagnera un facteur important sur le vide limite. Cette amélioration sera d'autant plus sensible que l'on saura éliminer l'oxygène et l'azote résiduels et ainsi diminuer la hauteur des pics 14, 15, 16, 17, 18. C'est ce que l'on obtient à l'aide du faisceau ionique.

b)- Pompage principal plus pompage ionique -

La première vérification a consisté à vérifier que les hauteurs absolues des pics du spectre ne dépendent pas de la pression totale d'argon dans l'enceinte. Pour cela, le canon n'étant pas en fonctionnement, nous introduisons de l'argon de façon à obtenir la pression totale (10^{-4} torr) correspondant au fonctionnement habituel de celui-ci. Le spectre présente alors des pics supplémentaires correspondant aux rapports M/q:20, 40, 36 et par augmentation la sensibilité un pic 38 apparaît. Les pics 20 et 40 correspondent à l'isotope 40 de l'argon, le plus fréquent (> 99%), les pics 36 et 38 beaucoup plus faibles correspondent à Ar^{36} (0,34%), Ar^{38} (0,06%). Les pics 14, 15, 16, 17, 18, 28 et 32 ne sont pas altérés par la pression de l'argon. Il est donc possible sans introduire d'erreur de mesure de mesurer la concentration de gaz résiduels pendant le fonctionnement du canon à ions.

L'enregistrement du spectre à intervalles de temps régulier (ou l'observation sur un oscilloscope) permet de suivre l'évolution des hauteurs des divers pics et par cela même de mettre en évidence l'efficacité du pompage (*Fig.11*).

La *figure 12* représente la variation de la hauteur de chaque pic en fonction du temps (de fonctionnement du canon à ions). On est en présence de trois types de courbes :

a)- la courbe présente une décroissance rapide et monotone (M/q = 17, 32, 18),

b)- la courbe présente une décroissance lente à partir d'une certaine valeur de t (14, 16, 28),

c)- la courbe présente une augmentation rapide à partir de t = 0, un maximum suivi d'une décroissance du type b (15,2).

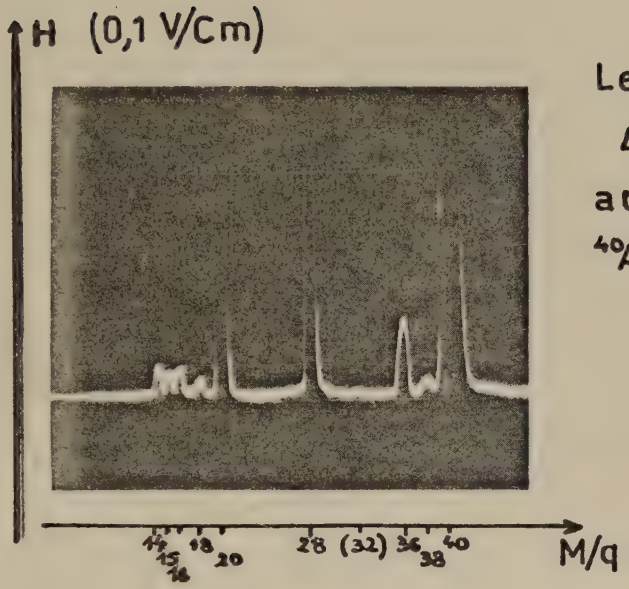
L'efficacité du pompage se traduit par la disparition des pics 43 et 44 correspondant à des ions d'origine organique (huile) et au gaz carbonique (CO_2 pour le pic 44). Le pompage ionique a pour effet de diminuer les pressions partielles des gaz résiduels suivants :

N_2, O_2, CO_2, H_2O

Les gaz pompés les plus efficacement semblent être H_2O, O_2 et CO_2.

L'apparition des pics 2 et 15, la décroissance du pic 16 beaucoup plus lente que celle du pic 32 montrent qu'un effet important du pompage ionique est la dissociation des molécules de la phase gazeuse ; les fragments de celle-ci pouvant se recombiner avec d'autres molécules de la phase gazeuse, donner des composés volatils avec des molécules fixées sur les parois où se combiner efficacement avec les atomes de titane et être ainsi piégées. On peut ainsi expliquer par décomposition de H_2O la croissance du pic d'hydrogène, la formation du pic 15 (NH ou CH_3) et la faible décroissance du pic 16 (CH_4, NH_2).

Il est a priori paradoxal de constater une décroissance plus rapide pour l'oxygène que pour l'azote ; en effet, la littérature /43/ donne des efficacités de pompages variant du simple pour l'oxygène au double pour l'azote. Or, dans notre enceinte, la décroissance de chacun des pics est le résultat de la différence entre la vitesse de pompage effective et le taux de fuite ; ceci pour chaque gaz. Il est bien certain que le taux de fuite en azote est de l'ordre de cinq fois celui d'oxygène. On comprend



Les pics 20, 36, 38, 40 correspondent aux ions : $^{40}Ar^{++}$, $^{36}Ar^{+}$, $^{38}Ar^{+}$, $^{40}Ar^{+}$

FIG. 11 SPECTRE D'ANALYSE DES GAZ RESIDUELS, LE CANON A IONS ETANT EN FONCTIONNEMENT

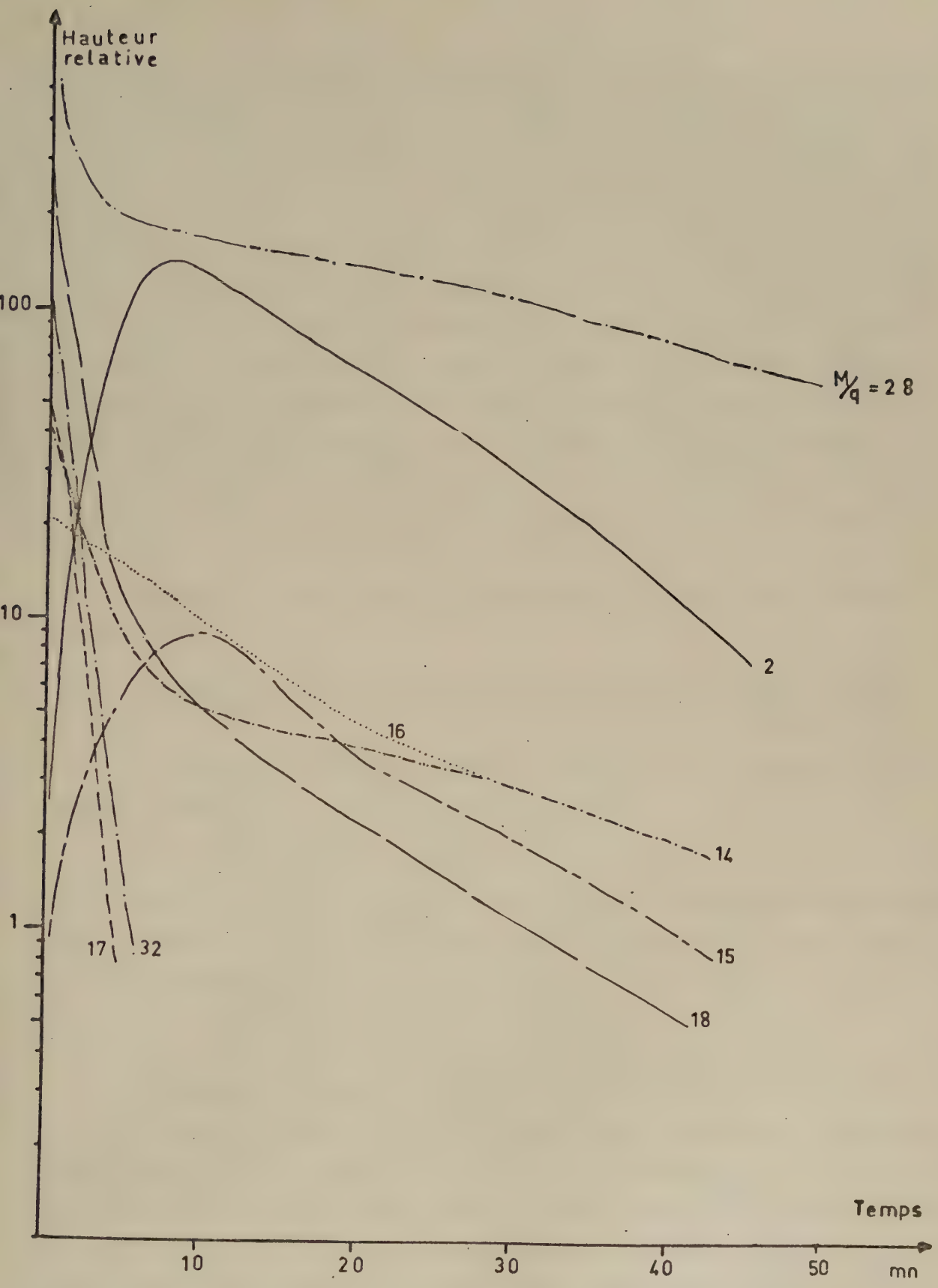


FIG.12 - VARIATIONS, EN FONCTION DU TEMPS, DES AMPLITUDES DES PICS DU SPECTRE DE GAZ RESIDUELS, PENDANT LE FONCTIONNEMENT DU CANON A IONS

donc ainsi que bien que le pompage ionique soit deux fois plus efficace pour N_2 que pour O_2, que le vide limite sera meilleur dans le cas de l'oxygène et atteint plus rapidement. Il n'est pas possible de dresser un tableau du rapport hauteur finale sur hauteur initiale pour tous les pics du spectre ; en effet, le pompage ionique et les filaments incandescents du canon et de l'analyseur ont pour effet de créer des ions par dissociations et recombinaisons de molécules /45/, non existant initialement, ce qui donnerait des valeurs infinies dans ce tableau. Il est tout de même intéressant de constater que ce rapport, dans le cas de l'eau, est au moins égal à 100 et même égal à 200. Dans le cas de l'oxygène, il tombe au-dessous des valeurs mesurables. Seul l'azote voit sa contribution à l'atmosphère résiduelle diminuer d'un facteur moins important, en moyenne d'un facteur 5; si le temps de fonctionnement ionique est important et si le courant de faisceau est élevé, on obtient un rapport 10.

Pour évaluer globalement l'efficacité du pompage ionique, formons le rapport :

$$r = \frac{\Sigma \text{ hauteurs de tous les pics existant avant le pompage ionique}}{\Sigma \text{ hauteurs de tous les pics de gaz actifs existant pendant le pompage ionique}}$$

La valeurde r est essentiellement limitée par l'efficacité de pompage de l'azote.

De façon générale, r est voisin de 8.

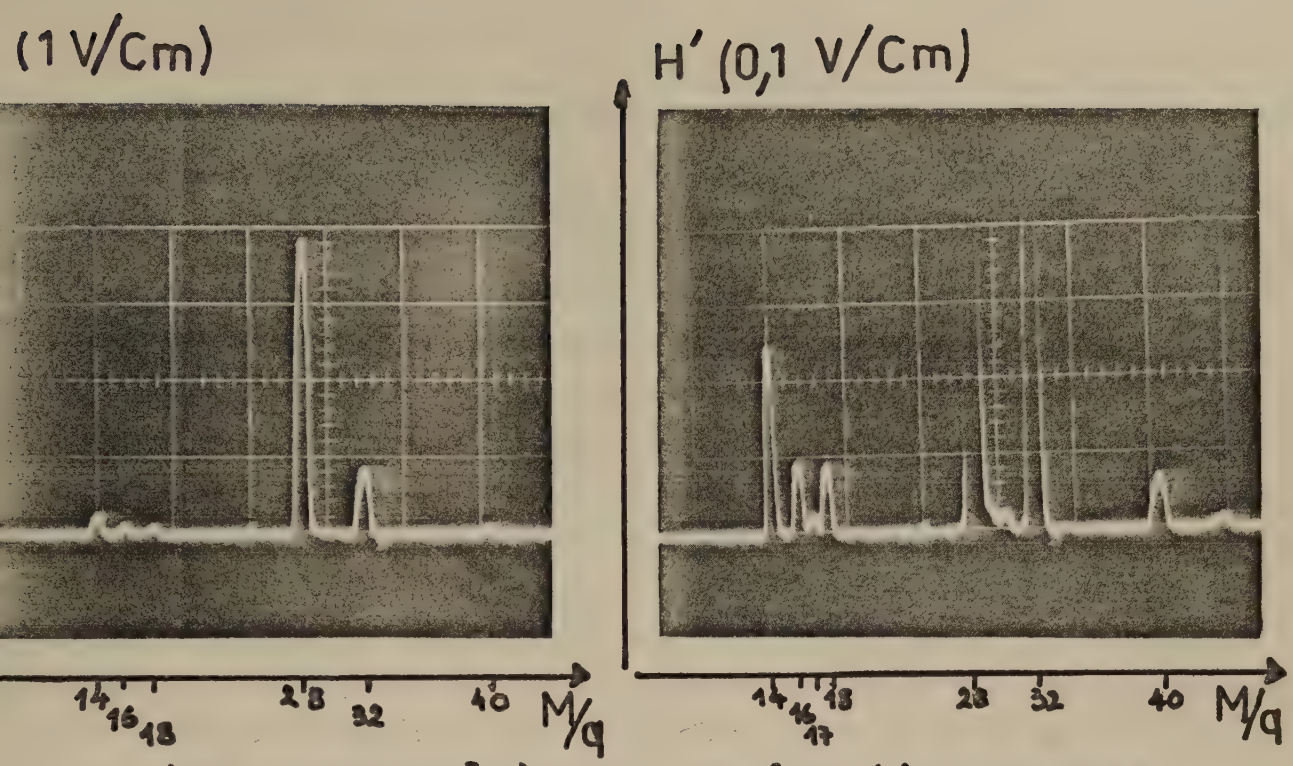
On peut même atteindre des valeurs plus élevées supérieures ou égales à 16. L'efficacité en tant que pompe ionique du faisceau du canon à ions est donc bien démontrée.

c)- Pompage principal + piégeage à la température de l'azote liquide -

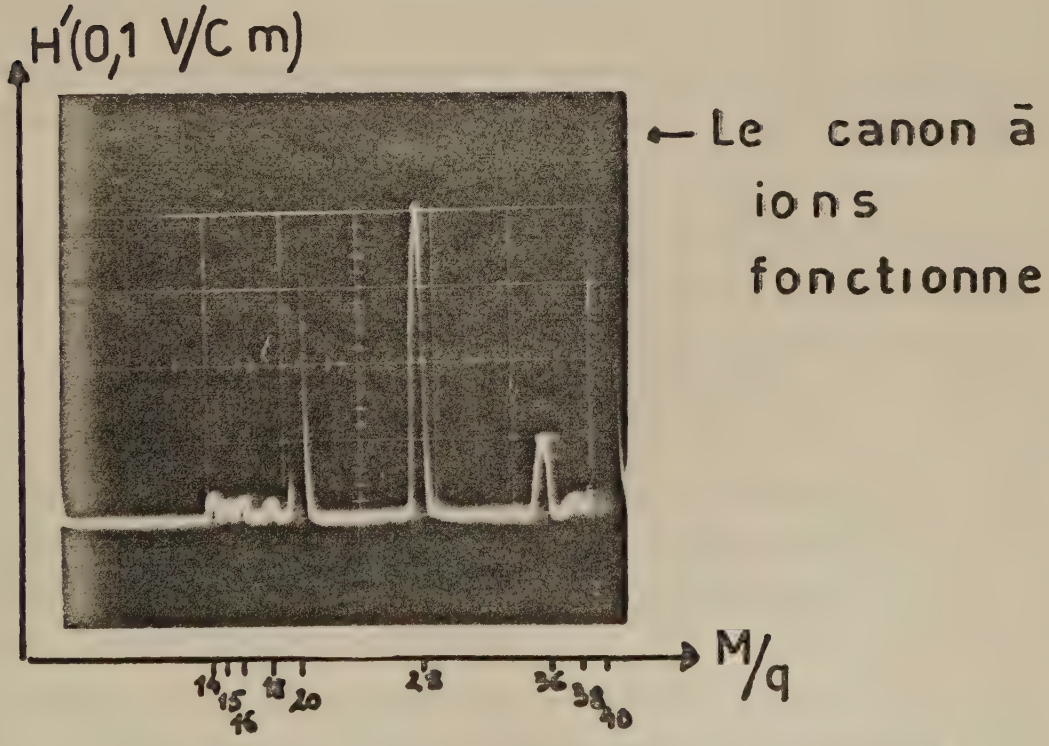
Le spectre obtenu après injection d'azote liquide dans le piège diaphragme (*Fig.13*) fait ressortir la grande efficacité de celui-ci dans le cas de l'eau, son efficacité moyenne dans le cas du CO_2 et son efficacité nulle en ce qui concerne l'azote et l'oxygène. Ceci n'est pas surprenant, le seul fluide de pompage cryogénique efficace pour l'air étant l'hélium liquide.

Le résultat de l'injection d'azote liquide est donc la diminution d'un facteur important :

- des pics 17 et 18 correspondant à l'eau,



Le canon à ions ne fonctionne pas



FIG·13 SPECTRE D'ANALYSE DES GAZ RESIDUELS, LE PIEGE CENTRAL A AZOTE LIQUIDE ETANT REFROIDI

V.2. - CANON A IONS -

V.2.1. Introduction -

Le but du canon à ions étant de réaliser des abrasions contrôlées sur les échantillons à analyser, les qualités à exiger de cet appareil sont les suivantes :

- densité de courant élevée et réglable,
- énergie variable et bien définie,
- pureté du faisceau (une seule espèce d'ions),
- homogénéité spatiale,
- facilité de mise en oeuvre,
- reproductibilité,
- stabilité du fonctionnement,
- stabilité dans le temps,
- fiabilité.

Afin d'assurer que le canon à ions peut répondre aux exigences ci-dessus énoncées, il était nécessaire de faire une étude aussi complète que possible du fonctionnement de celui-ci. Cette étude devant permettre de déterminer les conditions optimales de fonctionnement et les valeurs optimales des paramètres.

Nous avons choisi d'utiliser, comme moyen d'expérimenter la méthode d'abrasion-comptage, un canon à ions construit par la Société THOMSON-C.S.F. dont nous avons modifié certaines parties, afin de disposer d'un ensemble adapté aux exigences de la méthode : abrasion-analyse par réactions nucléaires. Les modifications essentielles sont l'admission d'argon par fuite thermomécanique, le système de chambres à eau et à azote liquide et la pulvérisation de titane créant le pompage ionique.

Les qualités du faisceau étant tributaires du fonctionnement de la source, il est logique de commencer l'étude par celle-ci. Dans un premier temps, nous nous intéresserons à celle-ci sans extraction du faisceau (le plasma diffusant à travers les grilles). Ensuite, nous étudierons les caractéristiques du faisceau extrait.

V.2.2. Etude de la source -

V.2.2.1. Rappel -

Le principe de cette source est l'ionisation par chocs électroniques. Les électrons, extraits de la cathode (filament chauffé) et accélérés par le champ électrique créé par l'anode, subissent divers types de chocs avec les molécules (atomes d'argon) du gaz contenu dans la source ; les chocs inélastiques (excitation de l'atome et ionisation) sont à l'origine de la création du plasma dans la source. La source fonctionnant à basse pression, le libre parcours moyen des électrons étant trop grand par rapport aux dimensions de celle-ci, un champ magnétique axial augmente la longueur des trajectoires électroniques entre cathode et anode, de telle sorte que la probabilité d'ionisation d'un électron émis est augmenté d'un facteur important.

Les paramètres physiques intervenant dans le fonctionnement sont :

- la géométrie,
- la température,
- la pression,
- Les paramètres électriques.

La géométrie est en fait peu modifiable, la seule modification pouvant intervenir concernant le filament émissif (on peut faire légèrement varier le diamètre de la boucle formée).

La température source varie peu d'une expérience à l'autre. En effet, l'énergie électrique fournie à la source est constante et le refroidissement de l'enceinte source a une efficacité sensiblement indépendante des conditions de l'expérience.

Les paramètres électriques sont fixés par l'ensemble des alimentations source. Ce sont la puissance de chauffage du filament, le champ magnétique et la tension d'anode. La *figure 14* indique le schéma électrique. Toutes les alimentations, sauf l'alimentation de haute tension, sont régulées, soit en courant, soit en tension. Les caractéristiques maximales sont pour l'alimentation d'anode 60 V - 3 A, pour l'alimentation filament 20 V - 50 A, bobine 40 V - 5 A ; l'alimentation de la deuxième grille étant fixe (250 V, débit 200 mA maximum). Nous justifierons plus loin le choix d'une régulation en tension pour l'alimentation d'anode et nous verrons que les caractéristiques de ces alimentations sont suffisantes pour un bon fonctionnement de la source.

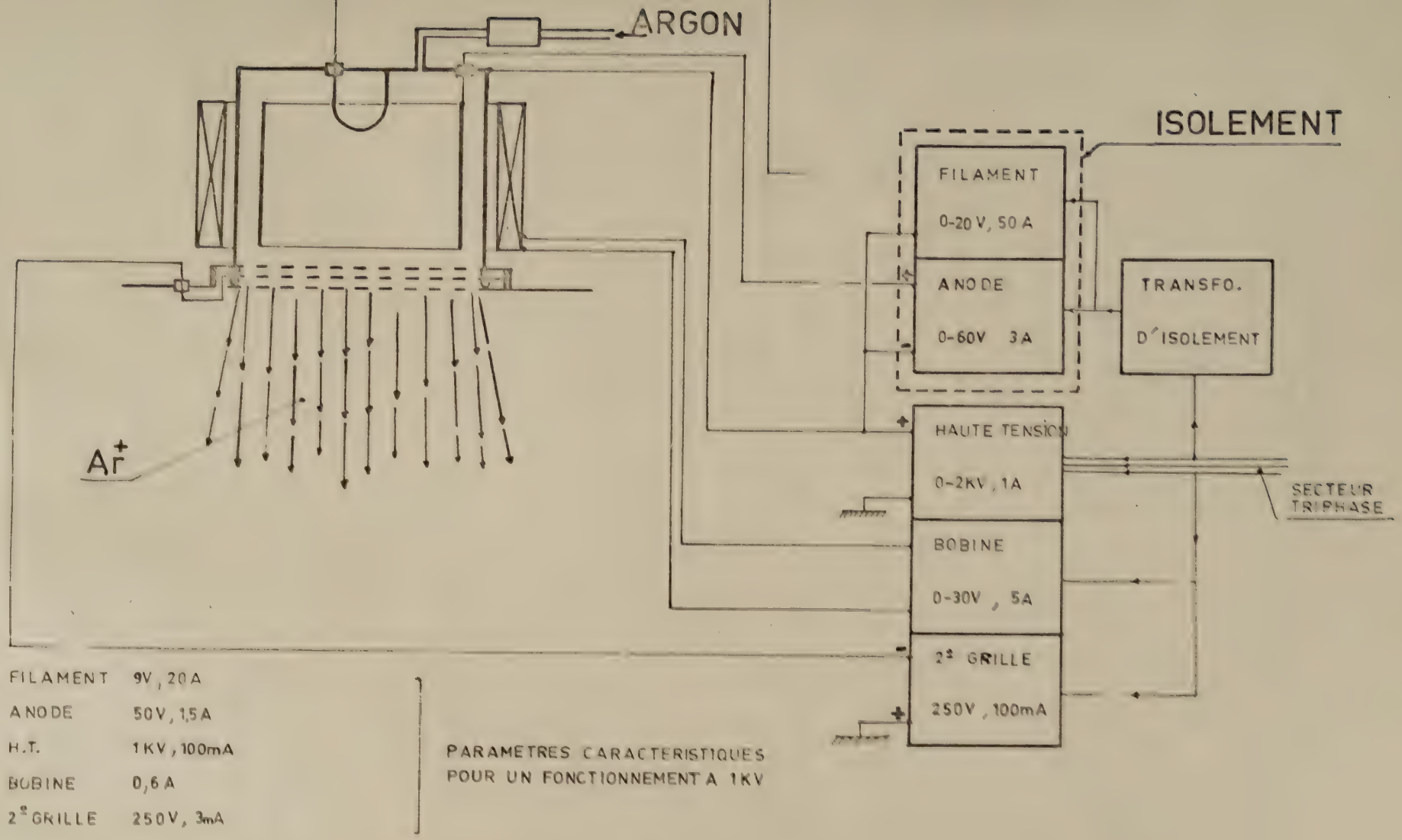


FIG.14-CANON A IONS — SCHEMA ELECTRIQUE

V.2.2.2. Les collisions dans la source -

On peut classer les collisions entre particules en deux groupes : élastiques et inélastiques.

a)- Collisions élastiques -

Les collisions atomes-atomes contribuent à maintenir une distribution maxwellienne pour le gaz neutre à la température source, soit 300 à 400° K. A la pression de 10^{-4} torr, la densité d'atomes d'argon est de $n = 3,5.10^{12}$ at/cm^3. La section efficace de collision élastique, voisine de la dimension géométrique de l'atome, est de quelques 10^{-15} cm^2. Le libre parcours moyen entre deux chocs est donc de l'ordre de 100 cm. Ce qui est élevé, comparé aux dimensions de la source (10 cm). (BOUTRY /45/ donne pour le libre parcours moyen à 1 torr la valeur de $8,1.10^{-3}$cm, ce qui correspond à une longueur de 81 cm à 10^{-4} torr).

Collisions électrons-atomes neutres : aux faibles énergies, la section efficace varie beaucoup avec l'énergie incidente. Un maximum de section efficace a lieu pour une énergie incidente voisine de 20 eV. Au-delà de cette énergie, la section efficace diminue rapidement. La valeur au maximum est pour l'argon de 25.10^{-16}cm^2. La perte d'énergie des électrons dans leurs collisions élastiques avec les atomes est faible et la diminution rapide de σ après le maximum explique l'existence "d'électrons découplés" qui perdent de moins en moins d'énergie par chocs élastiques à mesure qu'ils prennent de l'énergie au champ.

Pour cette collision, le libre parcours moyen est de l'ordre de :

$$\frac{1}{3,5.10^{12} \times 10 \times 10^{-16}}$$

soit 350 cm (>>dimensions de la source).

Collisions ions-molécules : les sections efficaces totales de collisions ions-molécules décroissent peu avec l'énergie pour des énergies inférieures à quelques centaines d'électrons-volts ; en effet, dans ce cas, la théorie classique des boules de billard peut s'appliquer, ce qui explique que les sections efficaces soient de l'ordre de grandeur de la surface atomique. Le libre parcours moyen correspondant est donc du même ordre de grandeur que celui correspondant aux collisions atomes-atomes, soit 80 cm.

b)- Collisions inélastiques -

Ce sont : l'excitation, l'ionisation (simple ou multiple), la recombinaison, l'échange de charges ; l'attachement, le détachement et la dissociation jouent ici peu de rôle, car nous sommes en présence d'un gaz rare monoatomique (A^- n'a jamais été observé).

. L'excitation d'un atome consiste, par un apport d'énergie, à faire passer un de ses électrons (généralement le plus éloigné du noyau) à un niveau d'énergie supérieur.

. L'excitation par les électrons $e^- + A \rightarrow e^- + A^*$
ne peut se produire que si $E \geq eV^*$ (V^* étant le seuil d'excitation, la probabilité d'excitation reste très faible au voisinage de celui-ci). La section efficace maximum d'excitation est de l'ordre de $10^{-16} cm^2$ pour une transition permise et a lieu pour quelques eV en ce qui concerne les atomes lourds.

. L'excitation par les ions ou les atomes présente une section efficace à variation beaucoup plus lente à partir du seuil et le maximum a lieu pour des énergies de l'ordre du keV, la valeur du maximum correspondant à des valeurs $<< 10^{-16} cm^2$.

Lorsque l'énergie apportée à l'atome est supérieure à l'énergie de liaison d'un électron (périphérique), celui-ci peut être éjecté, l'atome est alors ionisé. Le phénomène d'ionisation peut avoir lieu pour un atome ionisé n fois et ainsi donner un atome ionisé n + une fois. Les potentiels d'ionisation croissent avec l'indice d'ionisation alors que les sections efficaces correspondantes diminuent.

Remarquons que les atomes excités étant par définition dans un état d'énergie interne supérieure à celui des atomes neutres, sont plus faciles à ioniser que ceux-ci. Le seuil d'ionisation est ainsi plus faible et la section efficace plus grande.

TABLEAU des POTENTIELS d'IONISATION

Eléments	Ionisation			
	1	2	3	4
Argon	15,755	27,62	40,9	59,79
O	13,614	35,108	54,886	77,394
O^2	12,5			
N	14,53	29,593	47,426	77,45
N^2	15,51			

Expérimentalement c'est le nombre α (nombre moyen de paires ions-électrons créées par cm de parcours des électrons incidents) que l'on mesure, car il peut exister des phénomènes parasites tels que ionisation par chocs cumulatifs, ionisation par chocs de seconde espèce, etc ...
PAPOULAR /47/ donne la valeur moyenne du nombre d'ions créés par cm de parcours, par des électrons d'énergie comprises entre 20 et 300 V à la pression de 10^{-2} torr. Ceci correspond aux valeurs suivantes à 10^{-4} torr.

Gaz	Energie des électrons incidents V				
	20	30	50	100	300
N_2	4.10^{-5}	28.10^{-5}	72.10^{-5}	101.10^{-5}	101.10^{-5}
A_r	17.10^{-5}	52.10^{-5}	93.10^{-5}	112.10^{-5}	94.10^{-5}

Il est à remarquer que les valeurs maximums des sections efficaces sont de l'ordre de $10^{-16}cm^2$ (vers 100 eV). L'efficacité d'ionisation à basse énergie est plus importante pour l'argon que l'azote; résultat très intéressant car ceci permet de diminuer l'influence de la pression résiduelle d'air dans la source.

. L'ionisation par les ions présente une faible efficacité à faible énergie. La section efficace maximum correspond à des énergies cinétiques élevées de l'ordre de 10^4 eV à 10^5 eV. La réaction :

$$\overset{+}{Ar} + Ar \rightarrow \overset{+}{Ar} + \overset{+}{Ar} + \overset{-}{e}$$

n'intervient pas dans le fonctionnement de la source. L'argon présente une efficacité d'ionisation relativement grande par rapport aux autres gaz et ce phénomène peut avoir une importance dans l'étude du transport du faisceau. La section efficace à 1 keV /46/ est de l'ordre de $3.10^{-16}cm^2$. Nous reviendrons sur ce résultat dans la suite.

Toutes les collisions étudiées jusqu'à maintenant montrent qu'à la pression où nous voulons faire fonctionner la source, tous les libres parcours moyens sont largement supérieurs aux dimensions de la source. On comprend donc que dans ces conditions, il est nécessaire d'utiliser un champ magnétique destiné à allonger le parcours des électrons entre cathode et anode de telle sorte que celui-ci soit très grand par rapport aux dimensions de la source.

. Recombinaisons

Les électrons secondaires (issus d'une paire électron-ion) peuvent participer à l'ionisation et augmenter ainsi l'efficacité apparente d'ionisation d'un électron primaire. Les ions formés vont disparaître (en plus du fait de leur extraction) par recombinaison sur la cathode, certains sur l'anode, d'autres sur les parois et vont donner lieu à une évaporation d'atomes neutres. D'autres vont disparaître dans le volume du plasma par recombinaison électron-ion. Les sections efficaces de recombinaison étant mal connues, on s'intéresse au coefficient de recombinaison α, grandeur macroscopique définie par :

$$\frac{dn^+}{dt} = \frac{dn^-}{dt} = - \alpha . n^- n^+$$

n^- , n^+ étant le nombre d'électrons et d'ions par cm^3. α s'exprime donc en cm^3/s. Les valeurs de α pour l'ensemble des processus de recombinaison sont de l'ordre de 10^{-8} cm^3/s à 10^{-10} cm^3/s. Les sections efficaces correspondantes diminuant rapidement avec l'énergie, on comprend qu'un plasma rayonne d'autant moins (dans le visible) qu'il est chaud.

- Recombinaison radiative :

$$e^- + Ar^+ \rightarrow Ar + h\upsilon$$
$$\searrow\ A_r^* + h\upsilon$$

Cette recombinaison, dite recombinaison radiative, donne un spectre continu ; en effet, l'énergie cinétique est répartie au hasard entre tous les électrons, le spectre étant limité vers les basses fréquences (la fréquence correspond alors à la différence d'énergie entre l'état ionisé et l'état obtenu après la réaction, soit A, soit A^*). La probabilité de recombinaison diminue quand la vitesse relative des particules augmente, l'intensité du spectre diminue donc vers les hautes fréquences. La section efficace totale de recombinaison radiative est très faible et varie comme $\frac{1}{E_c}$ soit $1/v^2$. Pour des recombinaisons protons-électrons σ calculée est de l'ordre de $10^{-19} cm^2$.

Nous ne parlerons pas des réactions d'attachement du type

$$e^- + A \rightarrow A^- + h\upsilon$$

l'affinité électronique de l'argon étant négative.

- Recombinaison avec double excitation :

$$e^- + A^+ \rightarrow A^* \begin{cases} \rightarrow A^+ + e^- \\ \rightarrow A + h\upsilon + h\upsilon' \end{cases}$$

- Recombinaison en présence d'une troisième particule :

$$e^- + A^+ + X \rightarrow A + X$$

dans ce cas, l'énergie de recombinaison au lieu d'être émise sous forme de rayonnement sert à accélérer la troisième particule.

- Les recombinaisons dissociatives :

$$e^- + A_2^+ \rightarrow A + A$$

$$e^- + AB^+ \rightarrow A + B$$

n'interviennent pas dans le cas de l'argon.

- Les recombinaisons ion-ion ne jouent aucun rôle dans le fonctionnement de la source ; en effet, l'inexistence d'ions Ar^- interdit la possibilité des réactions du type suivant :

$$A^+ + B^- \rightarrow AB + h\upsilon$$
$$A^+ + B^- \rightarrow A^* + B^*$$
$$A^+ + B^- + X \rightarrow AB + X$$

(nous nous plaçons dans le cas où la pression résiduelle d'air est très faible devant la pression d'argon, c'est-à-dire que :

$$N_{at\ Ar/cm^3} >> N_{at\ O^2,\ N^2/cm^3}\ .$$

. Les phénomènes d'échanges de charge interviennent peu dans le fonctionnement de la source, mais peuvent avoir une importance dans le transport du faisceau.

$$A^+ + B \rightarrow A + B^+$$

De façon générale : $A^{n+} + B^{m+} \rightarrow A^{(n-1)^+} + B^{(m+1)^+}$. Il est important d'établir le bilan énergétique, Energie cinétique totale initiale + énergie d'ionisation de A = énergie cinétique totale finale + énergie d'ionisation de B.

Généralement, les énergies d'ionisation varient peu d'un élément à un autre, l'énergie cinétique varie donc peu au cours de la réaction.

Le bilan précédent définit le seuil de la réaction :

$$E_s = E_{i(B)} - E_{i(A)}.$$

Pour $E_{i(B)} > E_{i(A)}$ le seuil de la réaction étant positif, celle-ci n'aura lieu qu'à partir d'une certaine vitesse relative des particules.

Lorsque $E_{i(B)} \leqslant E_{i(A)}$ le seuil est nul ou négatif et la section efficace a une valeur importante pour $E_c = 0$.

Considérons la réaction :

$$\underset{\text{rapide}}{Ar^+} + Ar \rightarrow Ar + \underset{\text{rapide}}{Ar^+}$$

Cette réaction joue un rôle dans le transport du faisceau car l'ion incident peut transférer sa charge à un atome d'argon de l'atmosphère de la chambre d'expérience, sans perdre son énergie. Ceci se traduisant par l'arrivée d'un atome énergétique sur la cible participant au phénomène de pulvérisation et non pris en compte par l'intégrateur de courant.

Ainsi après avoir passé en revue les divers phénomènes physiques intervenant dans le fonctionnement de la source, revenons à l'étude du fonctionnement macroscopique de celle-ci.

V.2.2.3. Etude de la source à pression constante -

La densité du plasma à l'intérieur de la source dépend de la température du filament émissif (donc de la puissance de chauffage), de la tension d'anode et du champ magnétique extérieur. Nous considérerons d'abord l'influence de la tension d'anode par rapport au courant d'arc dans la source.

a)- Etude à champ magnétique constant -

Le fonctionnement de la source à pression, champ magnétique, et température de cathode constants, est caractérisé par la courbe I(V). I étant le courant d'arc de la source, V la tension d'anode appliquée ; (le courant I est la somme du courant d'électrons collectés - primaires et secondaires - et du courant d'ions Ar^+). La *figure 15* représente une courbe I(V) type. Elle se compose de plusieurs parties correspondant chacune à un type de fonctionnement physique différent.

La partie AB (voir agrandissement) est une courbe du type $I = a\,V^n$; avec n de l'ordre de 3/2 à 2.

La partie BC est une zone à résistance négative (donc source d'instabilités éventuelles).

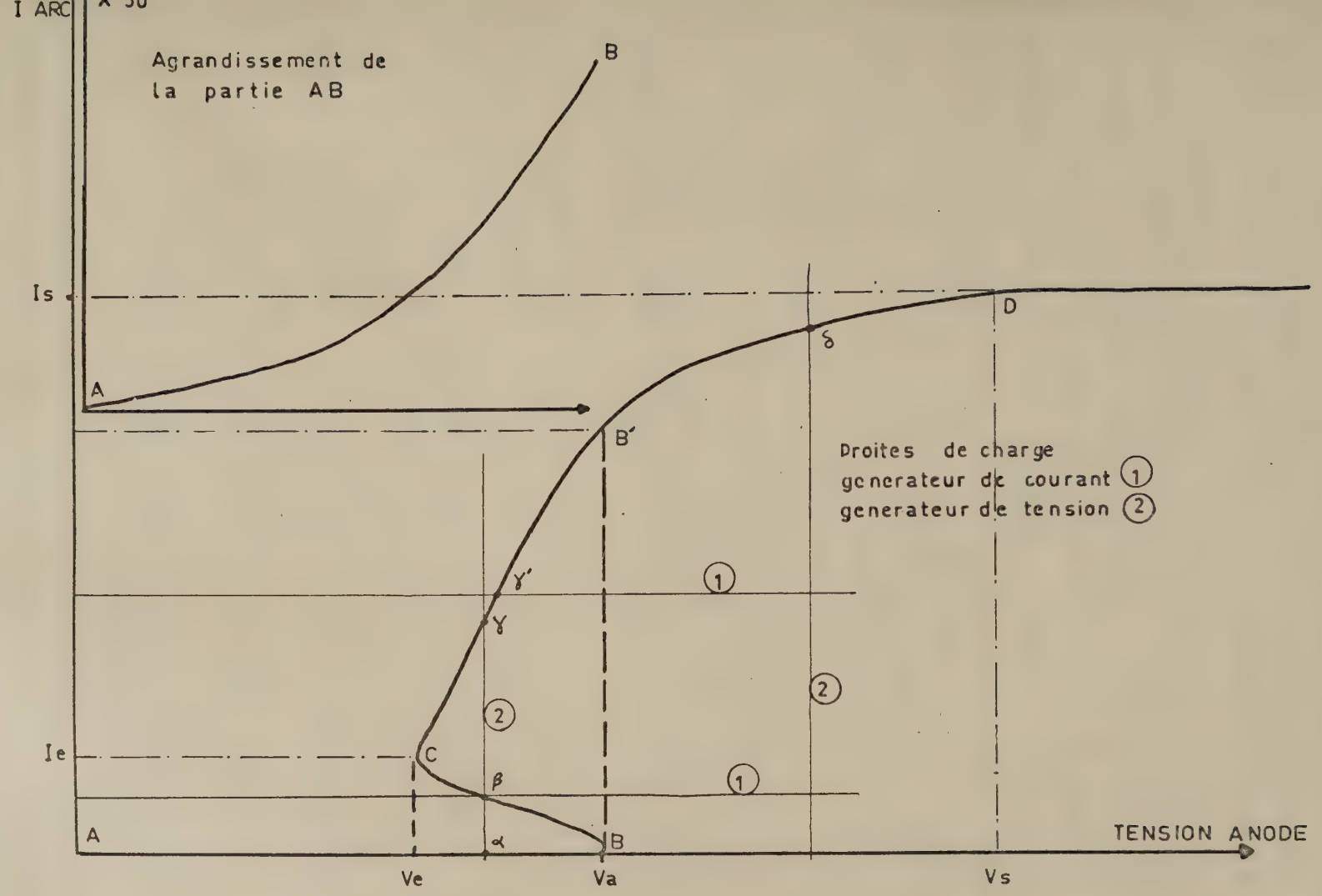


FIG. 15 CARACTERISTIQUE I(V) TYPE , A PRESSION , CHAMP MAGNETIQUE , TEMPERATURE DE FILAMENT , CONSTANTS

La portion CD correspond à un accroissement du courant d'arc en fonction de la tension d'anode jusqu'à une valeur de saturation.

Au-delà du point D, le courant n'augmente plus quand V augmente (jusqu'à 200 volts). Nous verrons que ce palier correspond à une limitation du courant d'arc par limitation de l'émission de cathode.

Revenons sur la partie à résistance négative ; l'existence de celle-ci nous a imposé d'alimenter le circuit d'anode par un générateur à tension constante, c'est-à-dire à résistance interne nulle ($\frac{dV}{dI} = 0$). En effet, un circuit actif tel que celui d'anode obéit à une loi du type $V = f(I)$. Le générateur d'alimentation de résistance interne R, de f.e.m. E impose la relation $V = E - RI$. Le point de fonctionnement est donc l'intersection de la droite de charge $V = E - RI$ et de la courbe $V = f(I)$. Ce point ne correspond pas nécessairement à un fonctionnement stable ; en effet, au voisinage du point d'intersection de ces deux courbes on a :

$$V = V_o + \left(\frac{dV}{dI}\right)_o \delta I = V_o + \rho_o . \delta I$$

ρ_o est la résistance dynamique au point M_o d'intersection.

Considérons une variation accidentelle δI introduite sur le circuit d'alimentation. Celle-ci entraîne une perturbation δV aux bornes de la source, $\delta V = R.\delta I$.

δI introduit une variation de tension $\delta' v$ aux bornes de la source

$$\delta' v = \rho_o \, \delta I$$

La variation totale est donc $\delta v + \delta' v = (\rho_o + R)\, \delta I$.

$$\Delta v = \delta v + \delta' v = (\rho_o + R)\, \delta I$$

Ceci correspond à une variation de f.e.m. dans le circuit :

$$\Delta e = -\Delta v = -(\rho_o + R)\, \delta I$$

Donc si $(\rho_o + R) > 0; \frac{\Delta e}{\delta I} < 0$ le système est stable

$(\rho_o + R) < 0; \frac{\Delta e}{\delta I} > 0$ la source fonctionne en générateur, le système est instable.

La condition de stabilité s'écrit donc $R > -\rho_o$. Elle est toujours réalisée dans le cas où ρ_o est positive. Dans le cas où ρ_o est négative, la condition de stabilité s'écrit donc $R > |\rho_o|$.

Donc, la source présentant une résistance négative en "S", on pourrait

penser devoir alimenter celle-ci par un générateur de courant. On aurait alors R = ∞ et le point de fonctionnement serait stable. On pourrait ainsi décrire entièrement la caractéristique en faisant varier la valeur du courant fourni par la source (*Fig.15*). En fait, il faut choisir une alimentation à tension régulée, c'est-à-dire à R = 0. En effet, les équations précédentes ne tiennent pas compte des éléments inductifs et capacitifs du circuit qui de façon générale rendent la stabilité du point de fonctionnement, dans la partie à résistance négative, conditionnelle. On risque donc d'assister à une auto-oscillation de la source due à ce phénomène.

Pour cette raison, on alimente la source en tension. La droite de charge (*Fig.15*) définit trois points d'intersection de la courbe I(V). Le point d'intersection β dans la caractéristique négative n'est pas stable et la droite de charge définit deux points de fonctionnement stables α et γ.

Il existe ainsi une tension d'allumage Va de la source ; lorsque par élévation de tension on arrive au point B, la source s'allume car le point de fonctionnement passe brusquement à la position B'. On peut alors, soit augmenter la tension et agir ainsi sur le courant, soit la diminuer jusqu'à la valeur Ve (tension d'extinction). En effet, au point C, le point de fonctionnement passe brusquement dans la partie inférieure de la courbe, c'est-à-dire vers les très faibles courants ; la source est dite alors éteinte.

On voit donc que, alimentée par un générateur de tension, la source présente un phénomène d'hystéresis. On peut choisir comme point de fonctionnement stable, tout point de fonctionnement dont la tension est supérieure à Ve (en particulier compris entre Ve et Va). Pour un point de fonctionnement compris entre Ve et Va, nous voyons donc que (à champ magnétique, pression constants) il est nécessaire de faire varier la tension d'anode au-dessus de la valeur d'allumage et par diminution de la ramener à la valeur du point de fonctionnement choisi.

. <u>Remarque</u> : le point de fonctionnement est stable inconditionnellement, mais si l'on choisit un point voisin de la tension d'extinction Ve, il est évident que la moindre perturbation extérieure risque d'amener V à une valeur inférieure à Ve et d'éteindre la source qui restera éteinte car ce fonctionnement est stable.

Le tracé de cette caractéristique peut être effectué de trois façons différentes :

- relevé "point par point",
- utilisation d'un dispositif enregistreur lent,
- utilisation d'un traceur de caractéristiques de transistors.

Le relevé point par point est long et fastidieux ; il faut décrire la courbe en deux parties : partie "montante" et partie "descendante" à cause des phénomènes d'allumage et d'extinction.

Comme système enregistreur simple, nous avons utilisé un oscilloscope attaqué verticalement par le courant I et horizontalement par la tension V. La variation de V était effectuée manuellement (donc lentement). La courbe totale était enregistrée au moyen d'un appareil photo polaroïd en "pose".

L'utilisation d'un traceur de caractéristiques de transistors permet un tracé rapide et jusqu'à des tensions d'anode de 200 V. La fréquence du signal est de 100 Hz. Nous avons vérifié que la caractéristique ainsi obtenue n'est pæ différente des caractéristiques statiques obtenues par les deux méthodes précédentes. L'utilisation du traceur de caractéristique permet de bien mettre en évidence l'influence de la température de cathode sur le fonctionnement de la source. La *figure 16* représente les caractéristiques I(V) pour trois puissances de chauffage de cathode, toutes choses égales par ailleurs.

Quelques constatations importantes :

- le palier de la caractéristique augmente rapidement avec la puissance de chauffage ;
- la forme de la courbe n'est pas altérée, c'est-à-dire que la partie à résistance négative est la même pour les trois courbes et les parties ascendantes se superposent.

La première remarque signifie que dans les conditions usuelles de fonctionnement, la limitation du courant d'arc (palier) est due à la limitation de la densité de courant électronique extrait de la cathode ; cette densité électronique de courant de saturation étant donnée par la formule de DUSHMANN :

$$Js = AT^2 \, e^{(-e\phi / kT)}$$

$e\phi$ étant le travail de sortie.

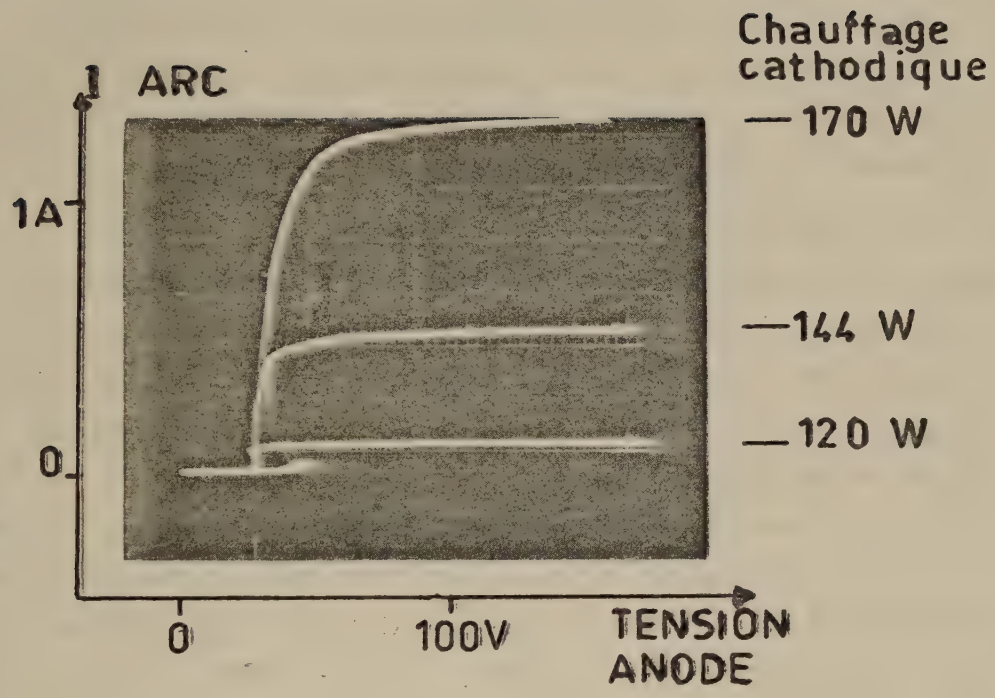


FIG .16 EVOLUTION DE LA CARACTERISTIQUE I(V) EN FONCTION DU CHAUFFAGE CATHODIQUE

L'ionisation dans la source est donc limitée essentiellement par la température cathodique. C'est pourquoi, une augmentation de la puissance de chauffage de celle-ci entraînant une augmentation de la température a pour effet d'accroître très nettement le courant d'arc. Corrélativement, la durée de vie moyenne cathodique diminue, c'est pourquoi, un compromis doit être établi entre ces deux exigences.

b)- Influence du champ magnétique -

L'étude de l'influence du champ magnétique peut être entreprise soit, en étudiant pour une tension d'anode donnée la courbe I(B), soit en étudiant la variation de la forme de la caractéristique I(V) en fonction du champ magnétique. C'est par cette étude que nous commencerons.

Rappelons d'abord quelles sont les caractéristiques du champ magnétique dans la source. La bobine extérieure impose un champ magnétique B_0 de révolution. La valeur maximum du champ sur l'axe est égale à 60 gauss par ampère de courant dans la bobine (mesure au moyen d'une sonde à effet HALL). La géométrie du champ B_0 (*Fig.17*) est imposée par les dimensions de la bobine. Le filament cathodique est situé sensiblement au maximum de champ. Une source indirecte de champ magnétique est le filament cathodique. Il est en effet difficile d'ignorer une boucle de courant de 3 à 4 cm de diamètre, l'intensité étant de 20 A, en regard du faible champ magnétique produit par la bobine. Le champ produit au centre de la boucle est :

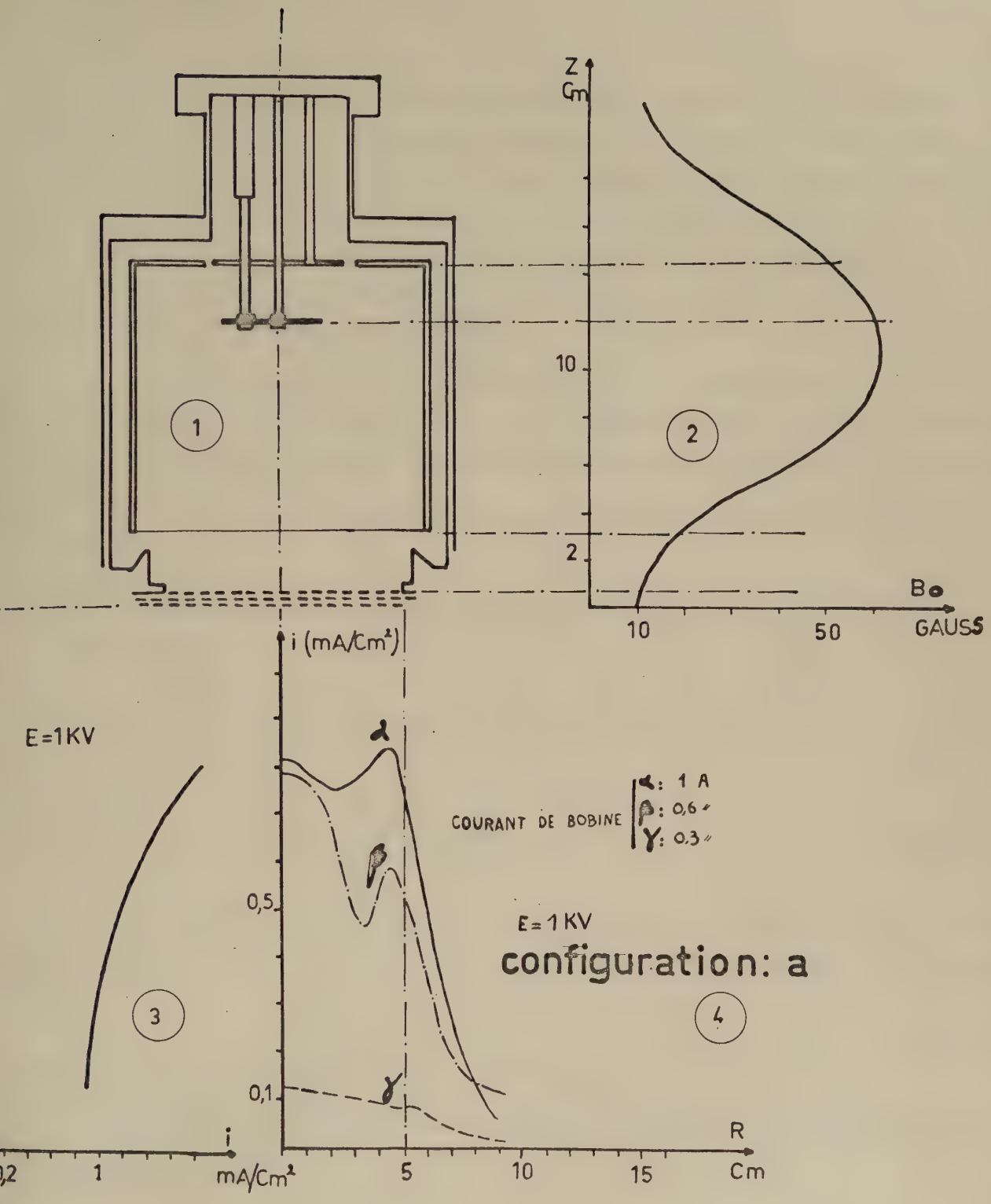
$$B_1 = \mu_o \cdot \frac{I}{2R} \sin^3 \alpha$$

Pour R = 2 cm, I = 20 A, B_1 = 6 G (au centre de la boucle).

Convenons d'affecter à B_1 le même signe qu'à B_0 lorsque les courants bobine et boucle ont le même sens de rotation. Sur l'axe de la source $B = B_0 + B_1$. Mais dans le plan du filament, à l'extérieur de celui-ci $B = B_0 - B_1$.

Il apparaît ainsi que le fonctionnement de la source dépend de la valeur du champ B_0 extérieur imposé (c'est lui que nous prendrons comme paramètre, B_1 étant constant en valeur absolue), et du sens de B_0 par rapport à B_1.

Le sens du courant dans le filament cathodique dépend du choix de la polarisation de la cathode par rapport à la source ; en effet, une extrémité de celle-ci est au potentiel de la source, l'autre étant au potentiel



1 SOURCE D'IONS

2 CHAMP MAGNETIQUE DANS LA SOURCE (I BOBINE = 1A)

3 DENSITE DE COURANT DE FAISCEAU { SUR L'AXE / EN FONCTION DE R

4

FIG. 17 – GEOMETRIES DE LA SOURCE ET DU FAISCEAU

imposé par le générateur de chauffage cathodique (environ 10 V). Le choix d'une polarisation positive permet d'éviter l'interception des électrons primaires par les parois. Une polarisation négative de la cathode ne permet pas d'éviter l'interception des électrons primaires par les parois, mais les électrons primaires atteignant l'anode ont acquis une énergie $V_a + V_k$; V_a étant le potentiel anodique et $-V_k$ le potentiel cathodique correspondant à l'électron émis (entre 0 et 10 V).

Une étude complète du fonctionnement de la source comporte donc quatre situations distinctes : a, b, c, d, résumées dans le tableau suivant (la convention est B_1 positif quand la polarisation cathodique est positive).

Sens de B_1 ou polarisation cathodique	-	+
Sens de B_0 -	a	b
+	c	d

L'influence du champ magnétique se traduit d'abord par une altération de la partie AB de la caractéristique I(V) (*Fig.18*). Cette partie de la courbe est du type :

$$I = K \cdot V^n$$

ceci correspond à un régime de charge d'espace.

L'effet du champ magnétique consiste en la dépendance du coefficient K en fonction de B_0 :

$$K = K\ (B_0)$$

La *figure 18* représente la déformation de cette partie AB de la caractéristique en fonction du champ, dans les cas b et c ($B = B_0 - B_1$) et la courbe $K\ (B_0)$ correspondante.

La déformation est continue, c'est-à-dire que la courbe $K\ (B_0)$ est monotone.

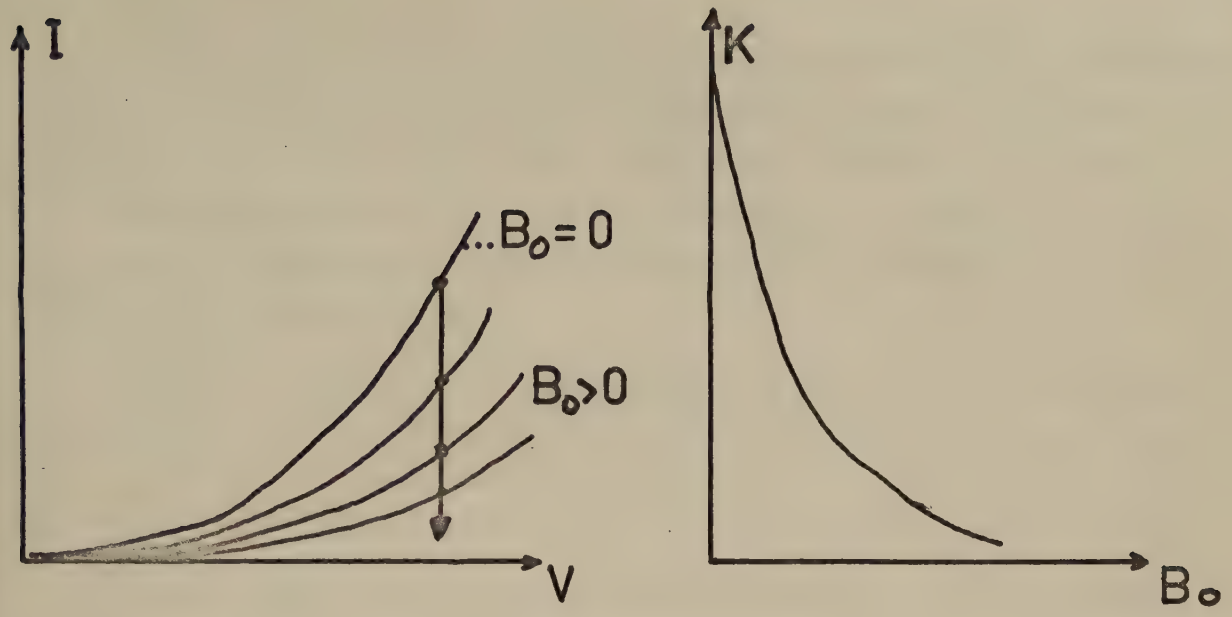


FIG . 18

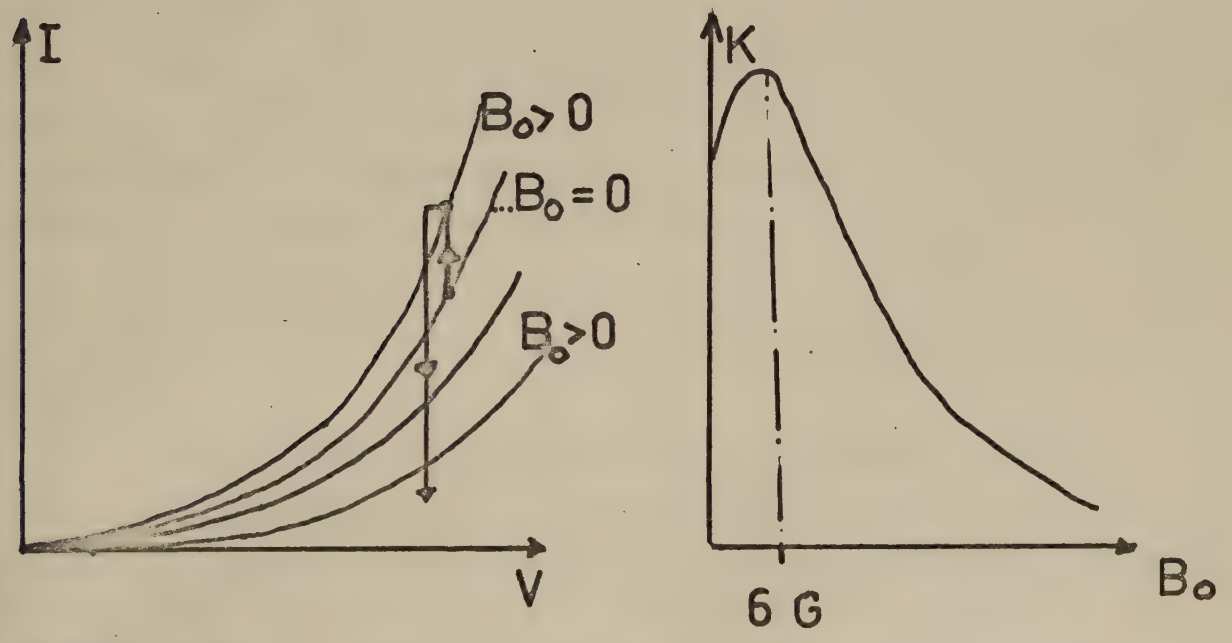


FIG . 19

Fig . 18et19 : deformation de la partie AB de la caracteristique I(V) et variation du coefficient K en fonction du champ B_o pour les configurations b et c (fig.18) et les configurations a et d (fig .19)

Dans les cas a et d ($B = B_0 + B_1$) la déformation n'est pas continue (*Fig.19*). On assiste à un maximum de valeur pour le coefficient K pour un courant de bobine de 0,1 A, c'est-à-dire, pour un champ B_0 de 6 gauss.

Nous expliquerons plus loin la décroissance du coefficient K quand B_0 augmente. Intéressons-nous à la différence entre les cas b et c d'une part et a et d d'autre part.

Dans les cas b et c, le champ magnétique dans le plan cathodique (à l'extérieur de celle-ci) est la somme arithmétique des champs B_0 et B_1. C'est-à-dire que le champ magnétique total varie de façon monotone de B_1 à $B_1 + B_0$ max. lorsque l'on fait croître le courant de bobine de 0 à I max.

Dans les cas a et d, le champ magnétique dans le plan cathodique (à l'extérieur de la boucle) est égal à la différence des champs B_0 et B_1. Le champ magnétique total ne varie plus ici de façon monotone lorsque le courant bobine varie de 0 à I max. Pour une valeur I_n du courant, le champ magnétique total passe par un minimum de valeur. Ceci correspond à un courant tel que les valeurs de B_0 et B_1 soient égales ou voisines. Expérimentalement, ceci est obtenu pour $I = I_n = 0,1$ A, c'est-à-dire que la valeur B_0 correspondante est $0,1 \cdot 60 = 6$ gauss, ce qui correspond bien à la valeur du champ créé par la boucle cathodique. On comprend donc qu'au-delà de la valeur I_n, la variation $K(B_0)$ soit analogue à celle des cas b et c.

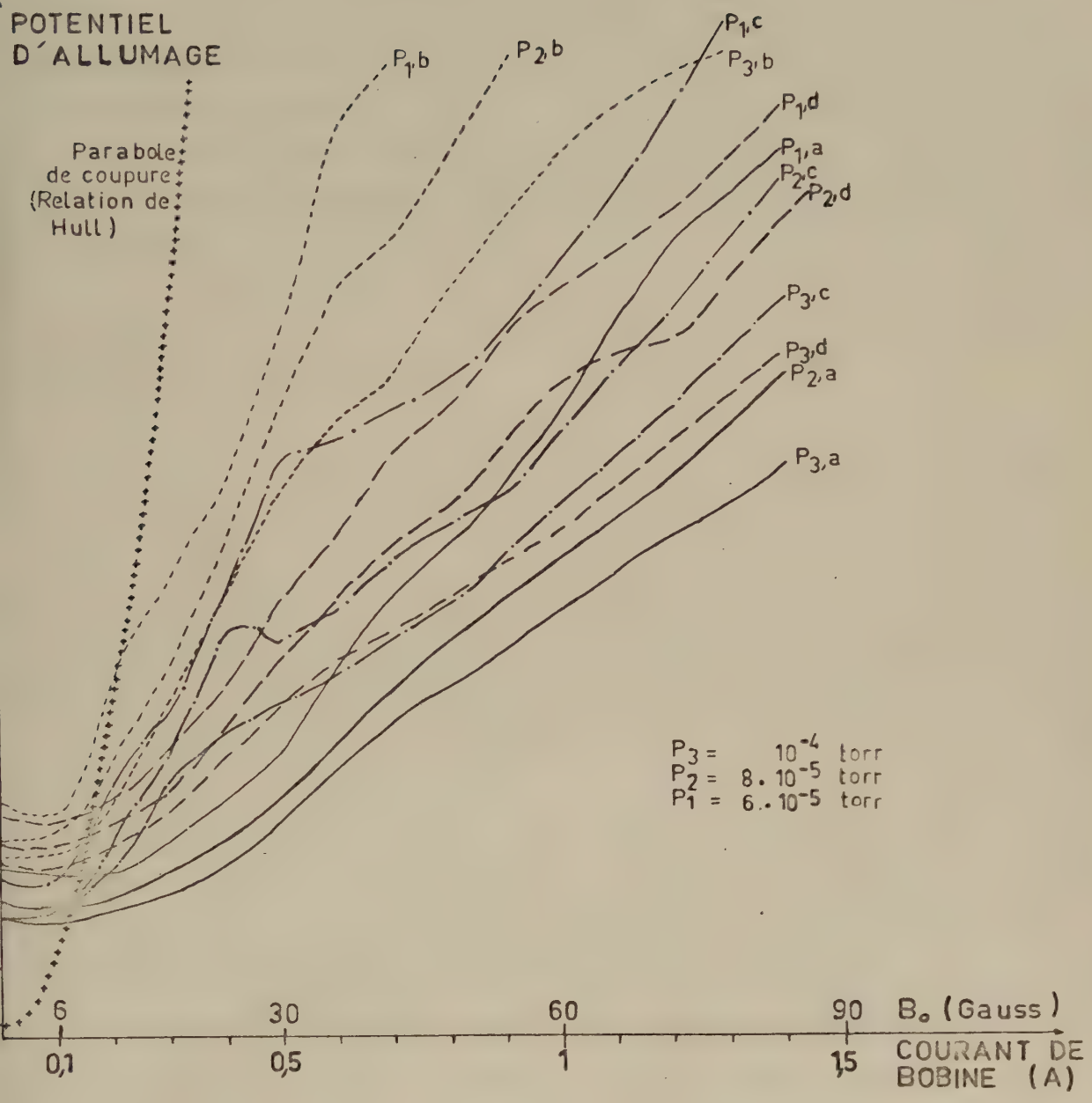
On peut affirmer que la décroissance du coefficient K avec le champ B_0 est due à l'augmentation de la charge d'espace au voisinage de la cathode.

- Variation des tensions d'amorçage et d'extinction avec B_0.

La tension d'amorçage V_a varie rapidement avec B_0. On peut ainsi tracer la courbe V_a (B) dans les quatre cas : a, b, c et d (*Fig.20*). On constate qu'à pression constante la tension d'amorçage est une fonction croissante du champ appliqué, dans tous les cas et que pour une même valeur de champ, les potentiels d'amorçage croissent dans l'ordre a, d, c, b. Les plus faibles tensions d'amorçage sont obtenues dans le cas a c'est-à-dire :

- cathode polarisée négativement,
- champ B_0 et B_1 de même sens sur l'axe.

Il n'est pas surprenant que les plus faibles valeurs de V_a soient obtenues pour une polarisation négative de la cathode ; en effet, on a alors



IG. 20 COURBES Va(B_o) POUR LES CONFIGURATIONS a,b,c,d ET POUR TROIS PRESSIONS P_1 , P_2 , P_3 .

$V_{ak} = |V_a| + |V_k|$, tandis que dans l'autre cas $V_{ak} = V_a - |V_k|$. On constate bien qu'une courbe a est au-dessous de la courbe d (à même pression), ainsi qu'une courbe c est au-dessous de la courbe b (à même pression). On peut attribuer le fait que les valeurs minimums de V_a soient obtenues dans le cas a au fait que la cathode est polarisée négativement et que le champ magnétique entre anode et cathode est égal à $B = B_0 - B_1$. En effet, dans cette configuration, l'effet de confinement magnétique sera réduit par le fait même que B est inférieure au champ B_0 extérieur alors que dans la configuration inverse $B > B_0$.

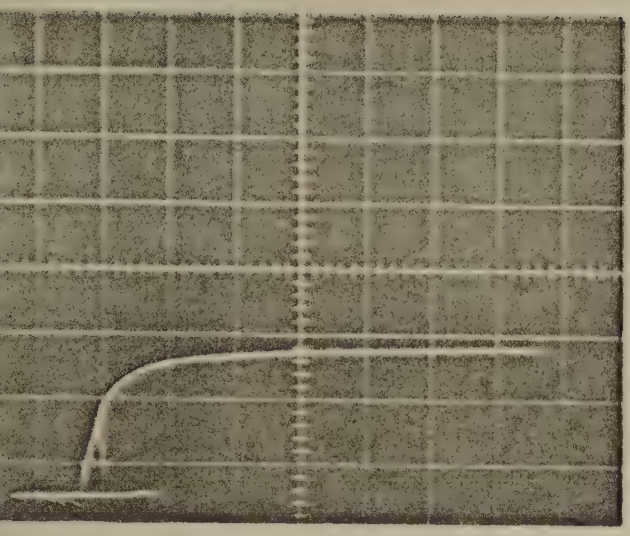
La *figure 21* représentant les caractéristiques I(V) dans le cas des quatre montages a, b, c, d, met en évidence la variation des tensions d'amorçage suivant la configuration.

Les courbes $V_a(B)$ représentent des irrégularités qui ne sont pas dues à une imprécision expérimentale ; en effet, ces irrégularités sont reproductibles si l'on recommence la mesure ; de plus, elles apparaissent sur les diverses courbes à pressions différentes pour un même cas (c par exemple). Ceci s'explique par le fait que l'on produit à l'intérieur de la source deux champs axiaux de géométries différentes. L'augmentation du champ extérieur augmente la valeur moyenne du champ dans la source, mais modifie la géométrie de celui-ci. Le champ magnétique intervient donc, en plus de son module sur l'axe, par un facteur de forme.

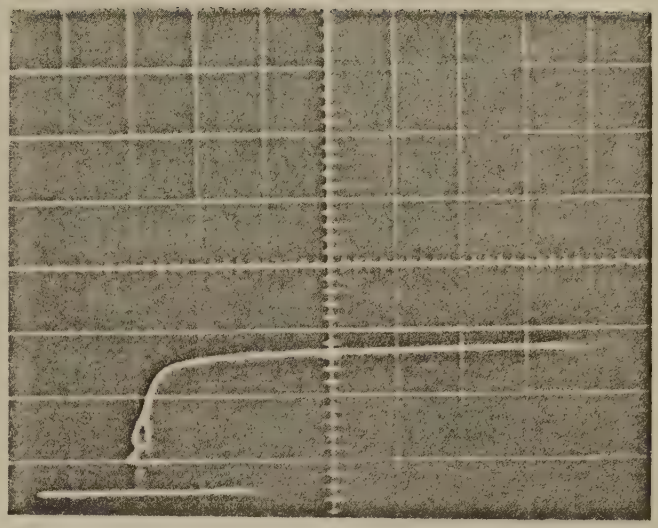
De même que V_a est une fonction du champ magnétique, la tension d'extinction V_e varie avec B_0 (*Fig.22*). La croissance de V_e avec B est moins rapide que celle de V_a (quand le courant de bobine varie de 0 à 1,5 A, pour une pression moyenne, V_e ne varie que de 20 à 40 V environ)

La tension d'extinction dépend peu du type de montage (par exemple, les courbes des montages a et c, dont les configurations magnétiques sont différentes, sont voisines). La pression et le champ magnétique restent les deux seuls paramètres importants.

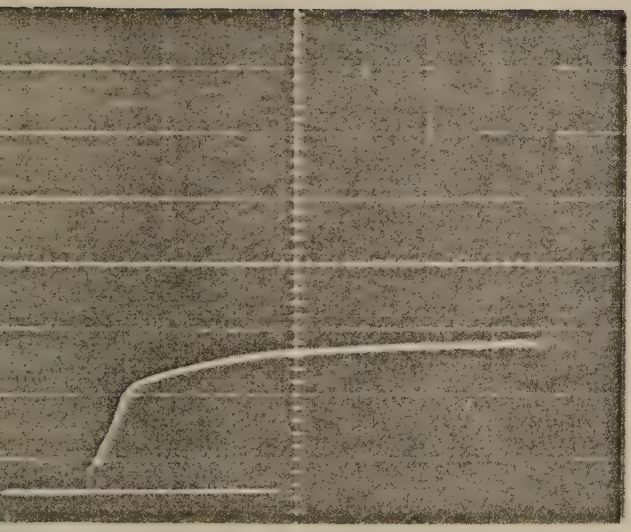
Pour que le point de fonctionnement soit stable (c'est-à-dire pour que la source ne risque pas de s'éteindre), il est nécessaire que la tension d'anode choisie soit la plus élevée possible par rapport à V_e. D'autre part, si l'on choisit une tension d'anode supérieure à la tension d'allumage pour le champ magnétique choisi, le fonctionnement sera totalement stable ; après une interruption de fonctionnement dû par exemple à une chute temporaire de pression, la source reprendra d'elle-même son point de fonctionnement dès que la pression sera rétablie.



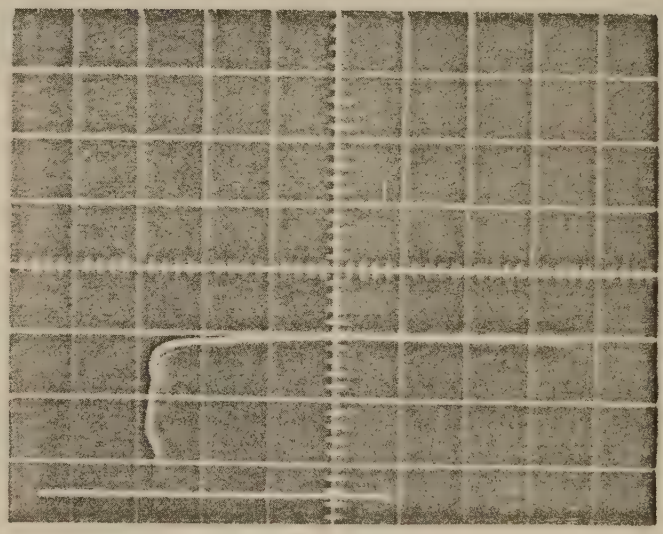
CONF. a



CONF. d



CONF. c



CONF. b

IG . 21 CARACTERISTIQUES I(V)
ILLUSTRANT LA VARIATION
DES POTENTIELS D'ALLUMAGE
EN FONCTION DE LA CONFIGURATION

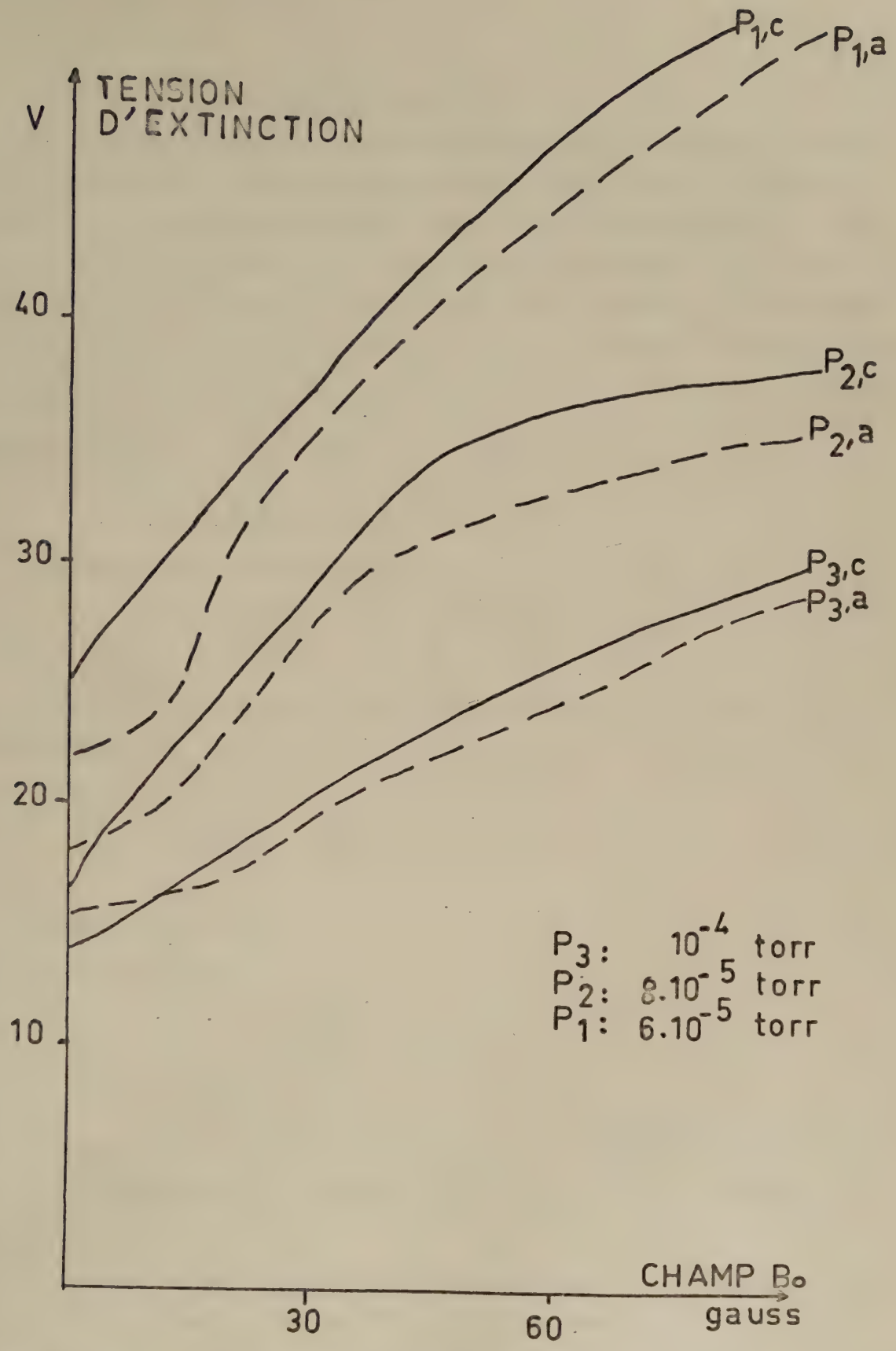


FIG.22 COURBES $V_e(B_o)$ POUR LES CONFIGURATIONS a ET c POUR TROIS PRESSIONS P_1, P_2, P_3.

c)- Justification de ces résultats -

Nous avons vu que les libres parcours moyens des particules (électrons, ions, atomes) dans la source sont plus grands que les dimensions de celle-ci. Chaque particule est soumise à un champ électrique qui est le résultat de la superposition du champ d'origine extérieure (V_{ak}) et du champ créé par la présence des autres particules. De même, le champ magnétique auquel est soumise la particule résulte des champs d'origine extérieure (bobine et filament) et des champs produits par les courants de particules à l'intérieur de la source. Si l'on connaît ces champs, on peut donc déterminer la trajectoire d'une particule en résolvant l'équation :

$$m \frac{\vec{d^2M}}{dt^2} = \vec{qE} + \vec{qv} \wedge \vec{B}$$

Cette équation est équivalente à :

$$\vec{v} = \frac{\vec{E} \wedge \vec{B}}{B^2} - \frac{m}{q} \frac{\vec{dv}}{dt} \wedge \frac{\vec{B}}{B^2}$$

Appliquons ce résultat au cas où B est uniforme et E est plan à module constant.

On a alors :

$$\frac{\vec{E} \wedge \vec{B}}{B^2} = \vec{cte} = \vec{v}_o$$

Posons $\vec{v}' = \vec{v} - \vec{v}_o$.

On a l'équation :

$$\vec{v}' = -\frac{m}{q} \frac{\vec{dv}'}{dt} \wedge \frac{\vec{B}}{B^2} \Longrightarrow \vec{v}' \perp \vec{dv}'$$

$\vec{v}' \cdot \frac{\vec{dv}'}{dt} = 0 \Longrightarrow$ le mouvement correspondant est circulaire. La particule dérive donc à la vitesse $\vec{v}_o = \frac{\vec{E} \wedge \vec{B}}{B^2}$. La trajectoire étant la superposition de ce mouvement rectiligne et d'un mouvement circulaire.

Supposons la sorce parfaitement cylindrique, la section droite étant celle du plan cathodique (on aurait alors une cathode cylindrique au lieu d'avoir une simple boucle) ; le champ magnétique étant constant. Nous ne ferons pas d'hypothèses sur le champ électrique, sinon qu'il est radial

$$\vec{E} = \vec{E}_r \qquad \vec{E}_\theta = \vec{0}$$

Dans le cas où E est radial, le vecteur $\frac{\vec{E} \wedge \vec{B}}{B^2}$ est une fonction du point M. Le calcul des trajectoires est plus complexe, mais l'on peut affirmer que le mouvement des particules correspond à un mouvement moyen circulaire à la vitesse E/B. De plus, sans faire d'hypothèse sur la variation de E avec r, on montre que r_c et r_a étant respectivement les rayons cathodiques et anodiques, V la différence de potentiel anode cathode, les trajectoires seront tangentes au cylindre anodique si :

$$q\,V = \frac{m}{8}\left(\frac{qB}{m}\right)^2 r_a^{\,2}\left(1 - \frac{r_c^{\,2}}{r_a^{\,2}}\right)^2$$

Cette relation est la relation de coupure pour un magnétron ; elle est connue sous le nom d'équation de HULL /48/. Le champ critique B_c satisfaisant à cette relation définit deux régimes de fonctionnement :

Pour $B > B_c$ les particules émises de la cathode n'atteignent pas l'anode.

Pour $B = B_c$ les trajectoires sont tangentes à l'anode.

Pour $B < B_c$ les particules atteignent l'anode.

Pour une géométrie donnée, le potentiel anodique de coupure est une fonction du champ magnétique :

$$V_c = K\,B^2$$

Dans le plan (V,B), il existe deux régions de fonctionnement séparées par la parabole de coupure ; pour le domaine $V > V_c$, il existe un courant d'anode, dans l'autre domaine, il est inexistant.

Dans notre cas, le phénomène est plus complexe ; d'une part à cause de l'absence de symétrie cylindrique (la cathode n'est en effet pas cylindrique) ; d'autre part, car la charge d'espace ne dépend pas que de l'émission cathodique ; en effet, en un point quelconque $n = n^+ - n^-$. Cependant, la région du plan cathodique est la région de l'espace où les champs électriques et magnétiques sont les plus élevés ; le régime de fonctionnement dans cette région de l'espace qui est du type précédent, conditionne en grande partie le fonctionnement de la source.

Une remarque concerne l'inhomogénéité du champ magnétique ; en effet, l'équation de HULL s'applique au cas du magnétron à champ B constant. Or, nous savons que celui-ci dans notre source peut être très inhomogène. Ceci explique que les courbes $V_a(B)$ ne soient pas paraboliques et présentent des irrégularités.

L'application de la formule de HULL à notre cas particulier donne avec :

$r_a = 5$ cm

$r_c = 2$ cm

$V_c = 0{,}39\ B^2$ (B en gauss)

La parabole de coupure est située au-dessus des courbes $V_a(B)$ tracées. La valeur $V_a(B)$ effective de coupure est très inférieure, surtout pour les grandes valeurs de B, à la valeur théorique ; ce qui est équivalent à dire que le champ magnétique de coupure effectif est très supérieur à la valeur théorique de HULL. Bien que notre régime de fonctionnement ne corresponde pas exactement aux conditions du magnétron (pression résiduelle), les libres parcours moyens étant grands, nous pouvons affirmer que le comportement est identique. En particulier, la source fonctionne en régime de coupure, c'est-à-dire que les électrons primaires (émis par la cathode) n'atteignent pas l'anode et constituent une gaine électronique autour du filament cathodique.

Au-dessous de la coupure, nous pouvons appliquer les résultats classiques correspondant à ce régime pour le fonctionnement du magnétron ; c'est ainsi qu'en résolvant l'équation de POISSON on peut déterminer la densité de courant J_θ circulant autour de la cathode

$$J_\theta(r) = \frac{\varepsilon_o}{4} e^2 \frac{B^3}{m^2}\ r\ \left(1 - \frac{r_c^2}{r^2}\right)\ \left(1 + \frac{r_c^4}{r^4}\right)$$

Dans notre cas particulier ceci correspond à une densité de courant $J_\theta = 0{,}250\ A/cm^2$. Le "réservoir" de charge d'espace ainsi constitué autour de la cathode est donc important. D'autre part, la gaine électronique constituée ainsi autour de la cathode est d'autant plus étroite et dense que le champ magnétique est élevé. L'effet de charge d'espace est d'autant plus accentué et le faible courant mesuré (dont l'origine est la diffusion suivant l'axe de la source) sera d'autant plus faible que le champ magnétique sera plus intense. C'est ce qui est observé expérimentalement (paragraphe : étude de la déformation de la partie AB de la caractéristique avec B_o).

- Mécanisme de l'amorçage -

Pour une tension d'anode fixée, l'énergie des électrons de la gaine dépend uniquement du rayon r. Considérons la couche dr au rayon r ; son énergie est $V_{(r)} - V_{cathode}$ (les pertes par chocs élastiques sont négligeables).

La couche la plus énergétique étant la couche externe ; intéressons-nous à cette dernière. Son énergie est $V_{(r\ max.)} - V_{(cathode)}$. Deux éventualités sont possibles :

$$V_{(r\ max.)} - V_{(cathode)} < V_{(ionisation)}$$

$$V_{(r\ max.)} - V_{(cathode)} > V_{(ionisation)}$$

Si $V_{(r\ max.)} - V_{(cathode)}$ est plus faible que le potentiel d'ionisation, l'ionisation directe à partir de l'état fondamental ne peut avoir lieu, elle ne pourrait avoir lieu qu'à partir d'états excités. Ce mécanisme a une probabilité très faible. L'ionisation est inexistante ; la source est éteinte.

Si $V_{(r\ max.)} - V_{(cathode)} = V_{(ionisation)}$. Les électrons situés sur la périphérie de la gaine vont donner lieu à une ionisation. C'est-à-dire que des électrons vont naître sur un cercle de diamètre $r_{max.}$ avec une très faible énergie initiale, ainsi que des ions. Le comportement de ces électrons secondaires est régi comme celui des électrons primaires par l'équation de HULL où le rayon de la cathode est à remplacer par celui d'une cathode fictive de rayon $r_{max.}$. Les ions se dirigent vers la cathode ; ils créent ainsi une charge ionique compensant en partie la charge électronique ; le potentiel du point $r_{max.}$ augmente, ceci entraînant l'élargissement de la gaine. Cet élargissement et la montée du potentiel entraînent la participation d'une part importante de la gaine à l'ionisation. Nous mettons ainsi en évidence un effet cumulatif. L'équilibre atteint, la gaine électronique est plus large qu'avant l'initiation du phénomène et elle participe largement à l'ionisation. Les électrons secondaires y participent de la même façon.

Or, l'augmentation de la tension anodique à partir d'une valeur nulle a pour effet d'augmenter le rayon de la gaine cathodique ainsi que l'énergie des électrons de la gaine. Lorsqu' une valeur critique V_a est atteinte, telle que $V_{(r\ max.)} - V_{(cathode)} = V_{(ionisation)}$, le phénomène cumulatif et irréversible a lieu, faisant basculer la source dans l'état "allumé".

L'augmentation de V au-dessus de la valeur V_a a pour effet d'augmenter la partie de la gaine électronique primaire participant à l'ionisation, ce qui entraîne corrélativement une diminution de la charge d'espace au voisinage de la cathode donc une augmentation du courant cathodique extrait jusqu'à ce que la saturation cathodique soit atteinte ; le courant d'arc présente alors un palier.

Si l'on diminue la tension d'anode V de la source allumée, l'effet produit est de diminuer la portion de la gaine électronique primaire participant à l'ionisation. Corrélativement, l'ionisation diminuant, le potentiel de la gaine électronique chute, celle-ci s'amincit. Pour une valeur V_e de tension d'anode, l'énergie de la couche externe est juste égale au potentiel d'ionisation et en-dessous de cette valeur, l'ionisation est nulle. V_e est plus faible que V_a car nous avons vu que l'énergie des électrons de la gaine est plus élevée dans le cas où la source est allumée que dans le cas inverse.

d)- Caractéristiques I (B) à V = cte -

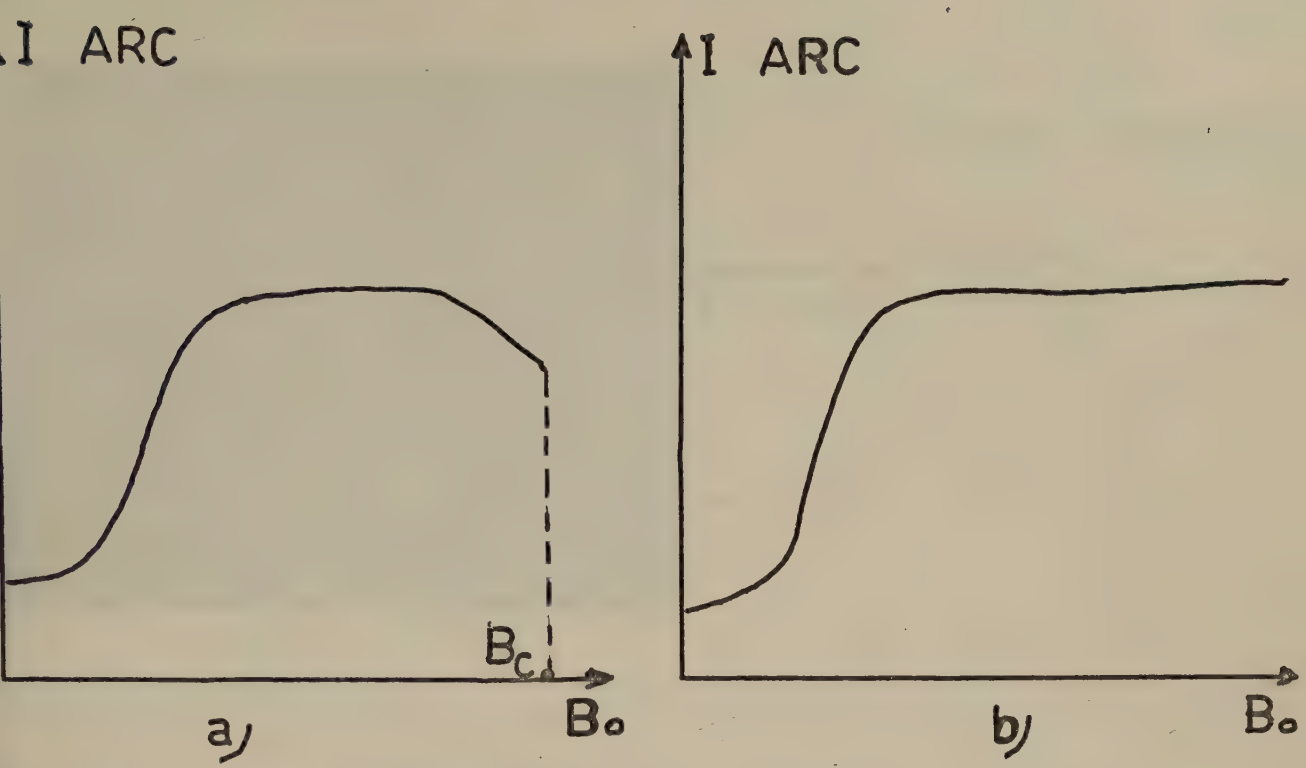
Si l'on s'intéresse pour une tension d'anode donnée à la variation du courant d'arc avec B_o, soit la courbe I (B) on obtient (*Fig.23*) une courbe du type a ou b.

En fait, on pourrait montrer que ces deux courbes sont du même type et que la valeur B_c apparaissant dans le cas a) et causant le décrochage de l'arc apparaîtrait dans le cas b) pour une valeur de B_o qui ne peut être obtenue avec l'alimentation utilisée. La courbe du type a) correspond à une faible tension d'anode de telle sorte que la valeur du champ critique B_c est relativement faible. B_c est telle que la tension anodique choisie soit égale à $V_e(B_c)$. Au-delà de B_c la source est éteinte. Si l'on diminue B, la source se rallume pour une valeur B'_c. B'_c est telle que la tension d'anode soit égale à $V_a(B'_c)$.

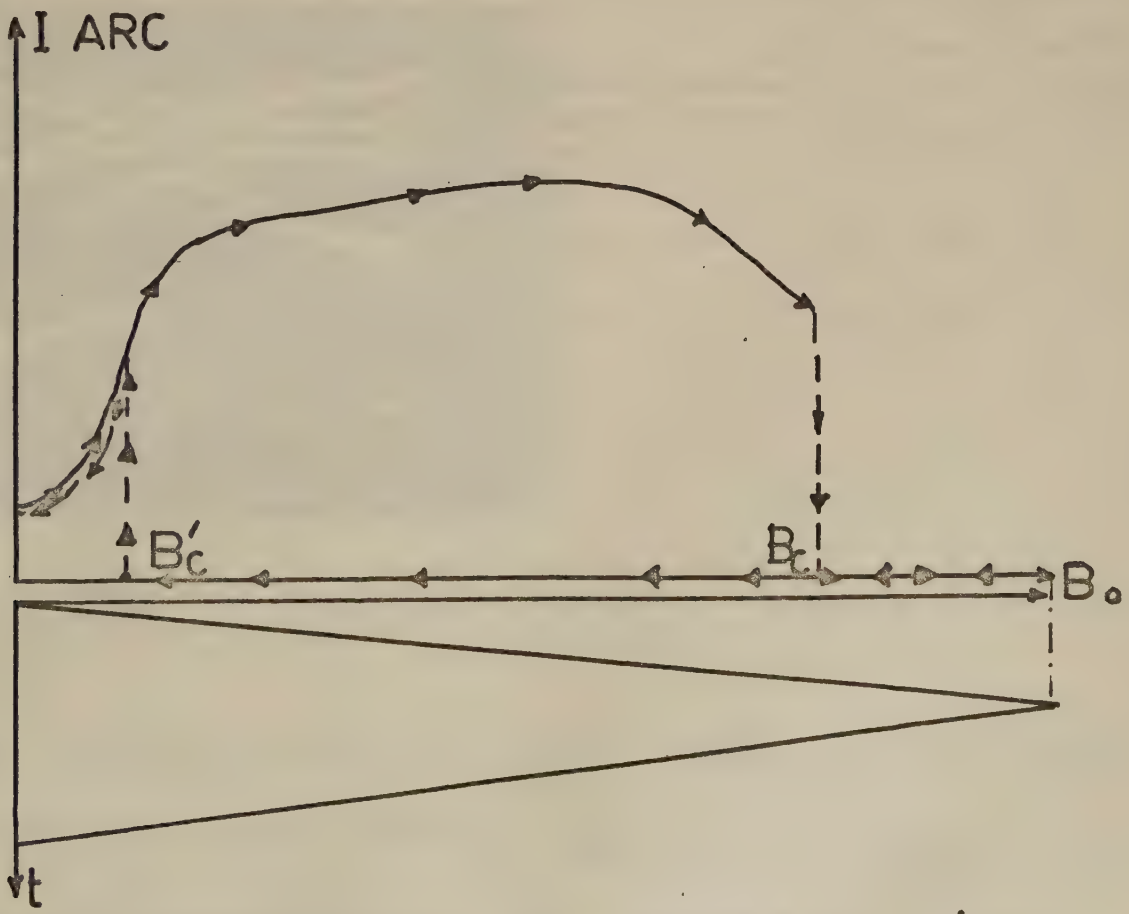
On peut résumer sur un schéma le fonctionnement de la source à V constant ; pour cela, appliquons (*Fig.24*) un champ magnétique en dent de scie (ce schéma ne s'applique que si l'on applique un champ dont le maximum soit supérieur à B_c).

Remarque : il est aisé de moduler le courant source ; en effet par un faible champ d'origine extérieure (au potentiel de la masse), on peut moduler la source à la fréquence désirée (basse fréquence du champ magnétique) et par le choix de la forme du courant de commande choisir la forme de l'impulsion créée.

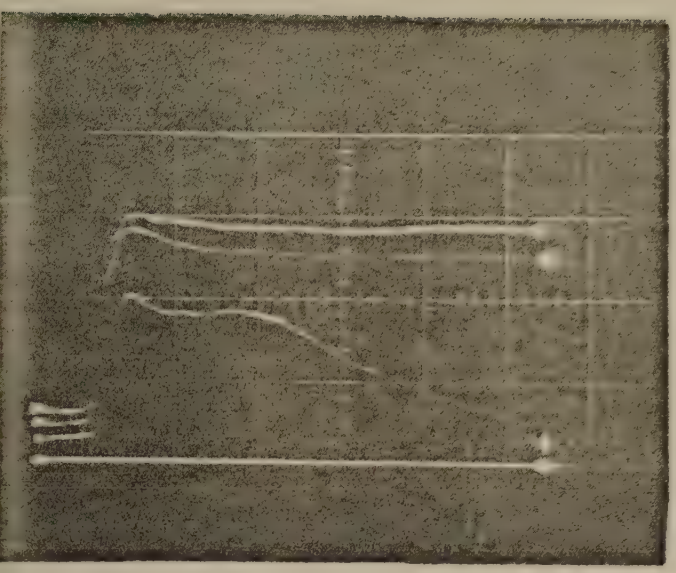
La *Figure 25a* représente les courbes I(B) pour trois tensions anodiques différentes. Ces courbes ont comme particularité commune une partie stationnaire pour les faibles valeurs de B suivie d'une augmentation très



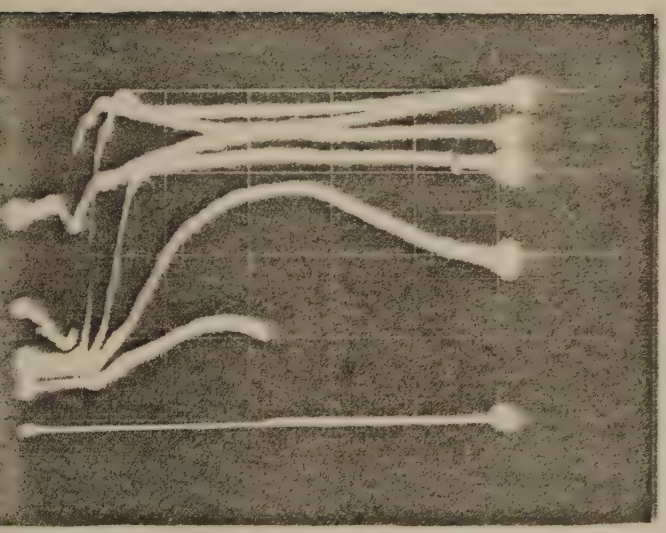
G.23 CARACTERISTIQUE $I(B_o)$



G.24 VARIATION DU COURANT D'ARC POUR UNE VARIATION LENTE DE B_o

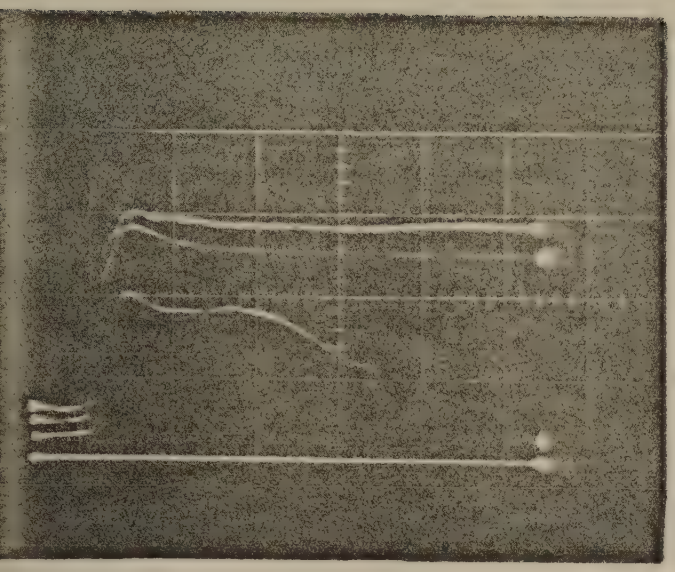


a)

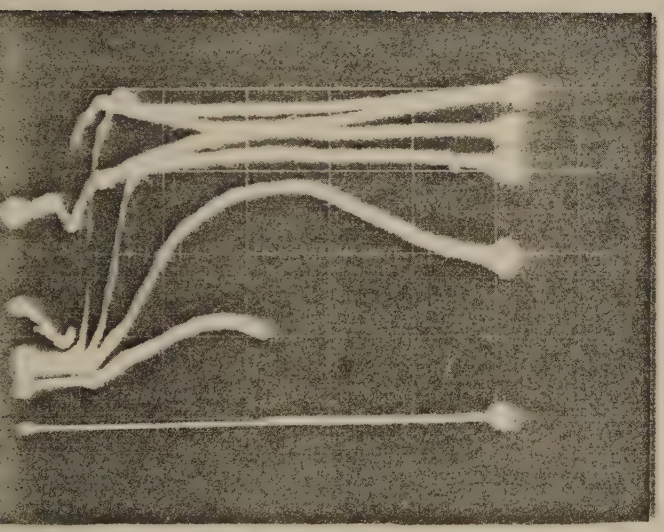


b)

G.25 CARACTERISTIQUE $I(B_o)$ A TENSION ANODE CONSTANTE (b) ET A PRESSION CONSTANTE (a)

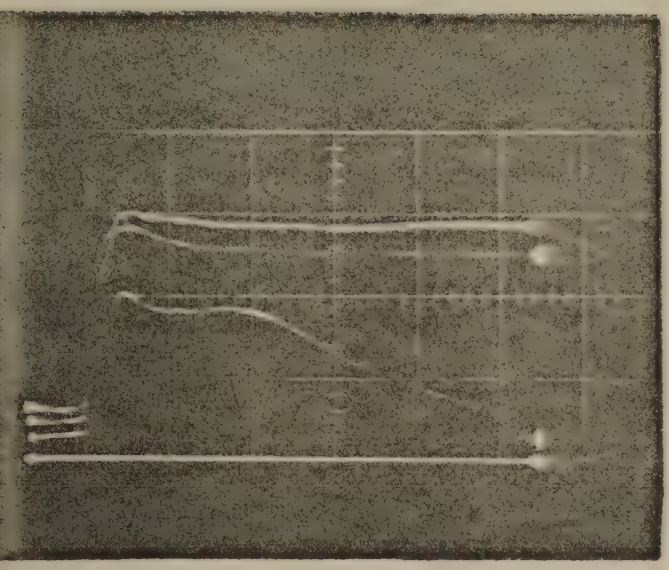


a)

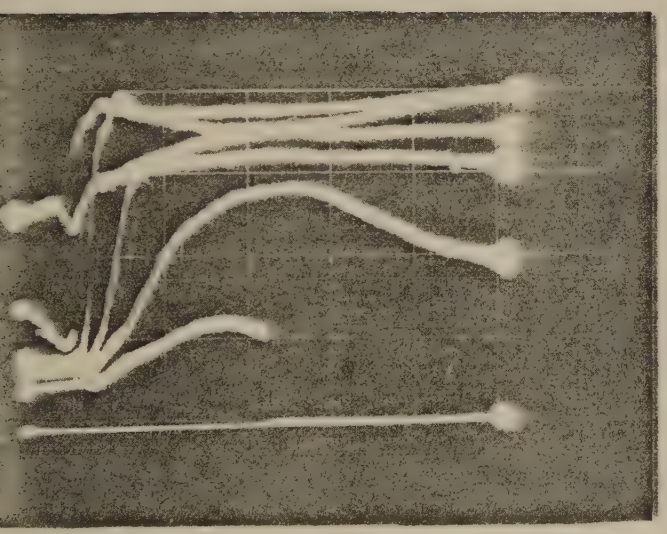


b)

G.25 CARACTERISTIQUE $I(B_o)$ A TENSION ANODE CONSTANTE (b) ET A PRESSION CONSTANTE (a)

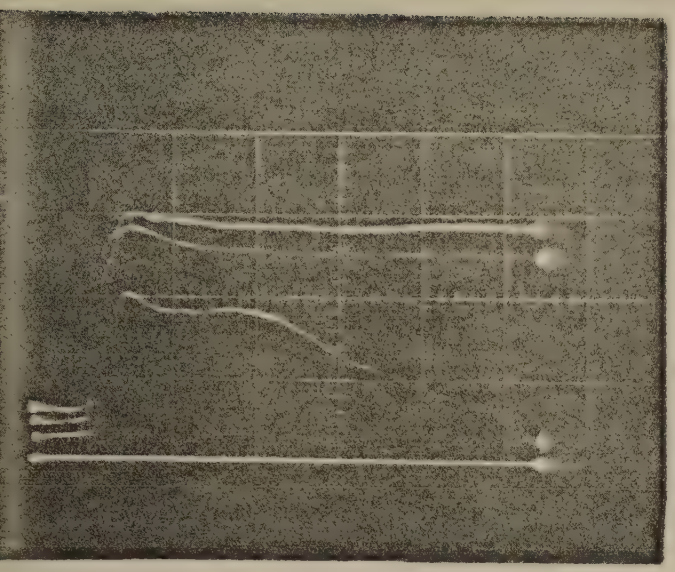


a)

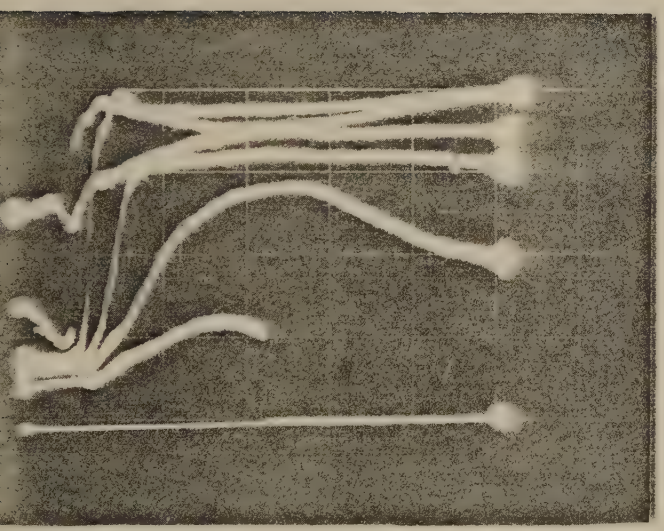


b)

G. 25 CARACTERISTIQUE $I(B_o)$ A TENSION ANODE CONSTANTE (b) ET A PRESSION CONSTANTE (a)

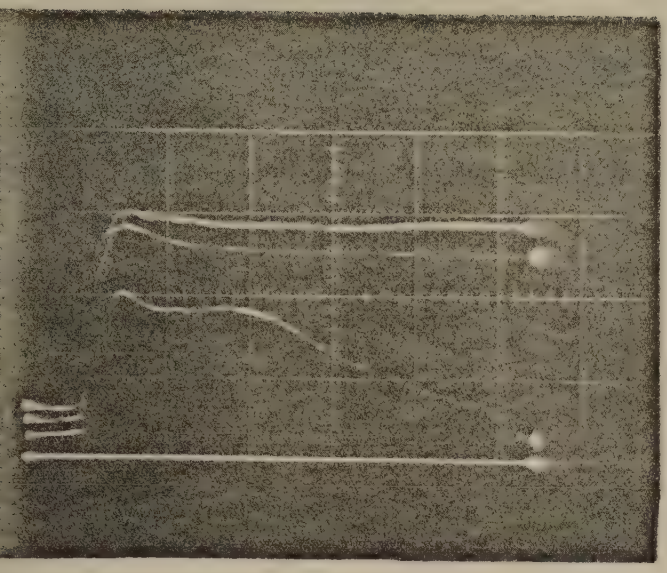


a)

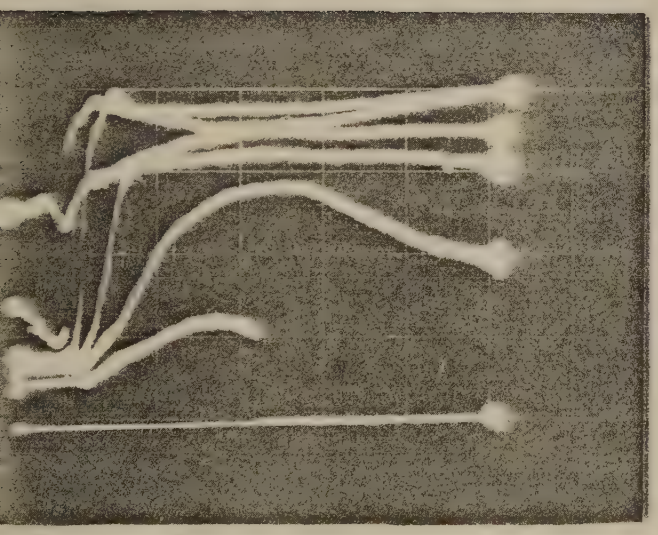


b)

G.25 CARACTERISTIQUE $I(B_o)$ A TENSION ANODE CONSTANTE (b) ET A PRESSION CONSTANTE (a)

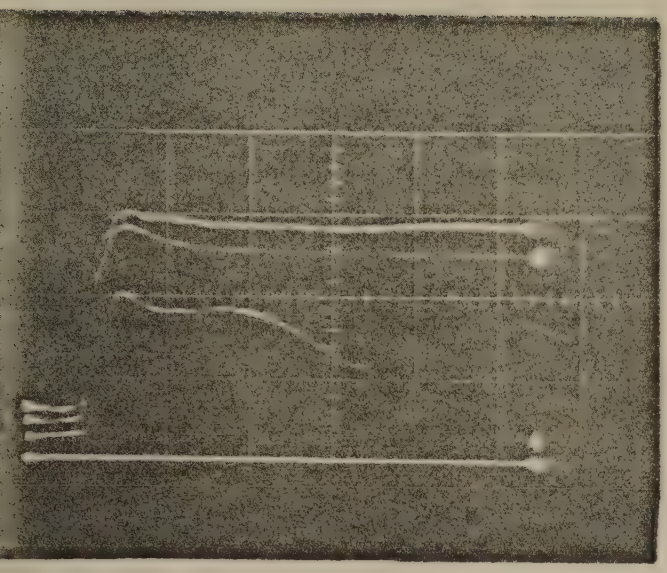


a)

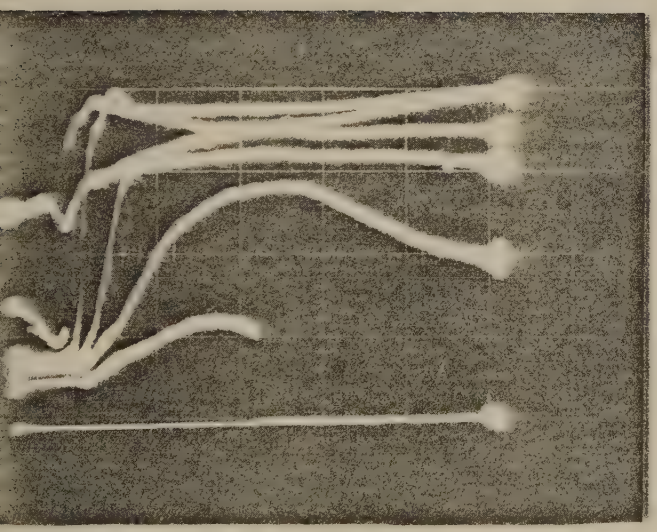


b)

G.25 CARACTERISTIQUE $I(B_o)$ A TENSION ANODE CONSTANTE (b) ET A PRESSION CONSTANTE (a)



a)



b)

G.25 CARACTERISTIQUE $I(B_o)$ A TENSION ANODE CONSTANTE (b) ET A PRESSION CONSTANTE (a)

rapide, elle-même suivie d'un maximum et d'une décroissance lente, ou d'une partie stationnaire.

Lorsque B extérieur est faible ou nul, la tension d'anode étant 50 v, le régime de fonctionnement est au-dessus de la coupure de HULL. Le courant électronique primaire atteind l'anode, les trajectoires sont d'autant moins recourbées que le champ est faible ; le nombre de chocs étant peu élevé, l'ionisation résultante et le courant d'arc sont peu élevés.

L'augmentation du champ magnétique se traduit par le passage en régime de coupure. En régime de coupure, l'augmentation du champ entraîne l'augmentation de la courbure des trajectoires ; ceci se traduisant par :

- une augmentation du nombre de chocs,
- une augmentation de la population secondaire participant à l'ionisation.

Corrélativement, l'énergie moyenne entre deux chocs diminue. La variation du courant d'arc en fonction de B est donc le résultat de l'équilibre entre ces phénomènes. C'est pourquoi après une augmentation rapide (après le franchissement de B_{HULL}) un maximum ou un plateau est atteint.

Pour fixer les idées, le courant d'arc obtenu pour un courant bobine de 0,5 A, une tension d'anode de 50 V et un chauffage cathodique 20 A 9 V est 1,5 A.

e)- Synthèse des résultats acquis -

On peut synthétiser le fonctionnement de la source à pression constante par une surface caractéristique I (V,B). Nous avons représenté (*Fig.26*) une surface caractéristique moyenne ; la représentation a été légèrement simplifiée (par exemple $V_a(B)$ est une droite). Ce modèle de surface est valable à toute pression où la source peut fonctionner et dans les quatre configurations a, b, c, d.

L'intersection de cette surface par des plans à V = cte donne les courbes I(B) et on explique bien ainsi le possible décrochage de la source pour des faibles valeurs de V, quand on augmente B (V devient alors inférieur à V extinction).

L'intersection par des plans à B = cte donne les courbes caractéristiques I(V) présentant une résistance négative.

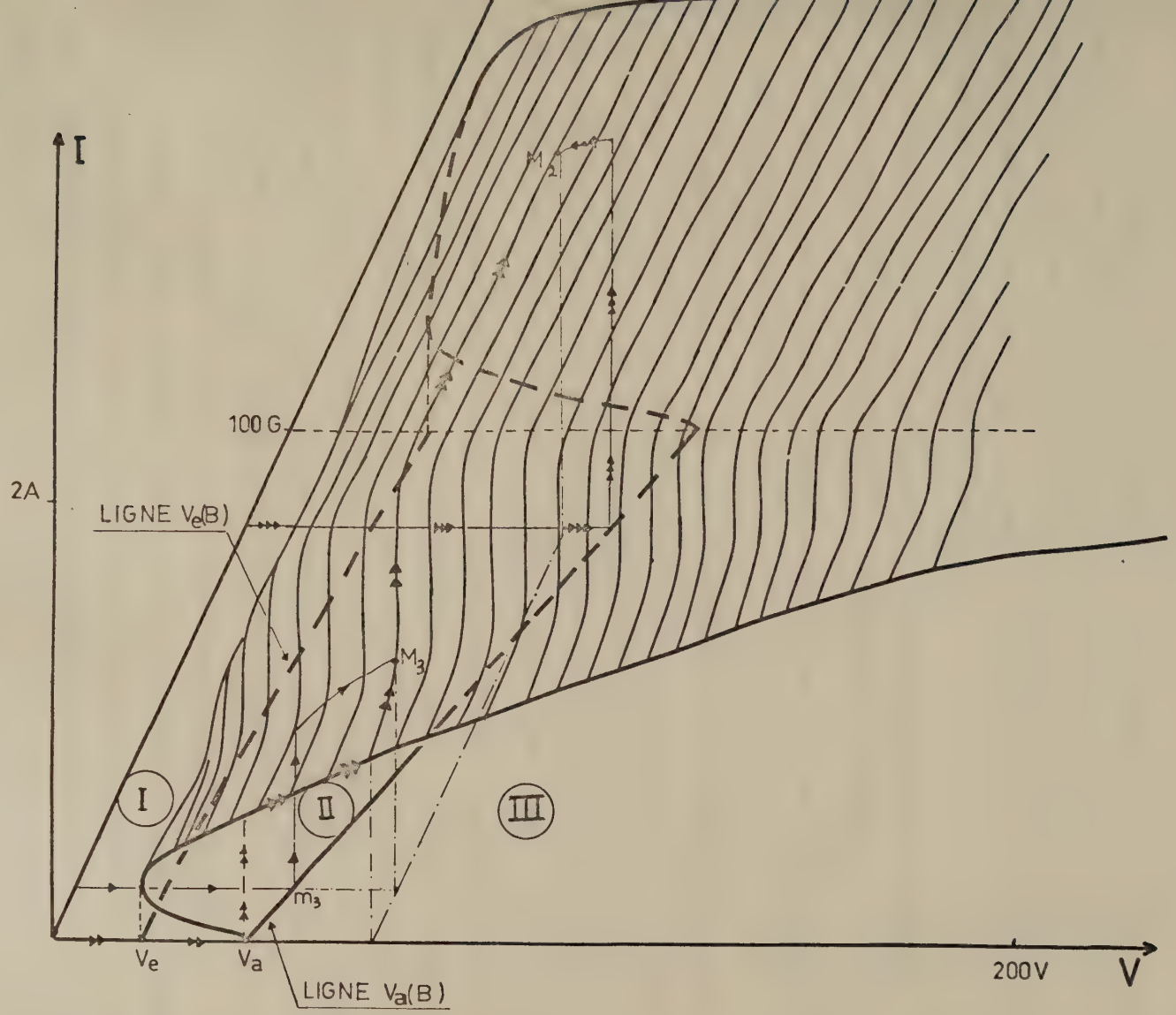


FIG. 26

SURFACE CARACTERISTIQUE TYPE I(V, B)

L'interprétation la plus intéressante de la surface caractéristique concerne l'allumage de la source et la stabilité du point du fonctionnement. En effet, pour un point de fonctionnement choisi, on s'impose une tension d'anode V et un champ magnétique B_o qui déterminent le point m dans le plan (B,V).

Dans ce plan, on peut séparer trois régions I, II et III délimitées respectivement par l'axe B, la ligne d'extinction $V_e(B)$ et la ligne d'allumage $V_a(B)$. On constate que suivant que le choix du point m sera fait dans l'une ou l'autre de ces régions, le fonctionnement (éventuel) et l'allumage de la source seront différents.

Région I ($V < V_e$) quel que soit B, fonctionnement impossible.
Régions II et III ($V > V_e$), fonctionnement possible.

En ce qui concerne l'allumage de la source, les régions II et III se comportent différemment.

Dans la région III la source s'allume d'elle-même quel que soit l'ordre d'application de la tension V et du champ B. En effet, le point m_3 décrit un chemin partant de l'origine et franchissant la ligne $V_a(B)$; à cet instant, le point m_3 se déplace verticalement, atteint la surface et se déplace sur la surface pour atteindre M_3 (chemin ↗ par exemple).

Pour la région II on peut envisager de faire subir au point m_2 un chemin franchissant la ligne $V_a(B)$ et ainsi obtenir un fonctionnement de la source du type III puis revenir dans le domaine II en se déplaçant sur la caractéristique à B cte, par exemple (chemin ↗↗↘). En fait, ceci n'est pas toujours possible, la tension d'amorçage pouvant être très élevée (supérieure à la valeur maximum fournie par le générateur).

Pour obtenir un point de fonctionnement dans ce domaine, utilisons le fait que V_a diminue avec B. Pour obtenir un fonctionnement du type M_2, appliquons d'abord V, B restant nul. Nous décrivons un chemin sur l'axe V. Au franchissement de $V_a(0)$ le point se déplace verticalement et se fixe sur la surface caractéristique ; l'augmentation de V entraîne le déplacement du point sur la caractéristique I(V) à B = 0 jusqu'à ce que V soit égal à la valeur choisie. Nous pouvons alors appliquer le champ magnétique B ; le point M va se déplacer sur une ligne I(B) à V = cte et atteindre ainsi le point M_2 désiré. Ce trajet d'allumage ↗↗ est réalisable dans tous les cas (I excepté).

Du point de vue pratique pour être sûr que l'allumage de la source se réalise, il est donc nécessaire de retarder l'application du champ magnétique par rapport à la tension anodique. Si l'application est simultanée, la source ne s'allumant pas, il est alors nécessaire de couper l'alimentation de bobine et de la réalimenter.

Du point de vue de la stabilité (considérée comme le fait de revenir au même point de fonctionnement après variation accidentelle d'un ou plusieurs paramètres), les régions I et III sont inconditionnellement stables. La région II ne peut pas être considérée comme stable, car la variation d'un paramètre peut entraîner le passage d'un état à un autre (extinction $\rightleftharpoons$ allumage), ces deux états étant stables l'un et l'autre. Ceci est d'autant plus accentué que le point de fonctionnement m se trouve situé près de la ligne $V_e(B)$. En conséquence, pour un bon fonctionnement, il est nécessaire de choisir le point de fonctionnement dans la partie III, ou dans la partie II le plus près possible de la région III.

V.2.2.4. Etude du fonctionnement en fonction de la pression -

Rappelons que la source fonctionne à basse pression entre (8.10^{-5} et quelques 10^{-4} torr). L'étude vers les basses pressions ($<10^{-4}$t) est rapidement limitée par l'ionisation faible ainsi obtenue ; l'étude vers les pressions plus élevées (quelques 10^{-4} torr) est limitée par la diminution du rendement de la source au-delà d'une certaine pression et par le risque d'ionisation totale de l'enceinte à vide créée par les collisions ions atomes entre le faisceau extrait et le gaz résiduel.

L'effet de la pression sur le fonctionnement de la source est de deux ordres :

- modification des potentiels d'amorçage et d'extinction,
- modification du courant d'arc généralement dans le sens d'une augmentation avec P, donc de l'ionisation.

La *figure 20* représente la variation des potentiels d'amorçage en fonction de B pour les quatre configurations de la source, la pression étant en paramètre. On constate que lorsque la pression augmente, pour un champ magnétique donné, la tension d'amorçage diminue. Il en est de même pour les potentiels d'extinction V_e (*Fig.22*). On constate que l'augmentation de pression entraîne une diminution de V_e.

La variation des tensions d'amorçage et d'extinction s'explique par l'existence d'une faible ionisation avant l'amorçage. En effet jusqu'à maintenant nous avons traité de problèmes relatifs au plan cathodique et nous avons négligé la diffusion suivant l'axe z (axe de la source). Mais, celle-ci joue un rôle important car :

- la source étant allumée, la diffusion électronique suivant z permet d'avoir une bonne ionisation dans toute la source,
- la source étant éteinte, la diffusion électronique suivant z a pour effet de fournir de l'énergie à des électrons, qui, le champ magnétique diminuant avec z, voient leurs orbites s'élargir et atteindre ainsi une fraction non négligeable du potentiel anodique. Une partie de ces électrons atteint les parois, une partie donne lieu à une ionisation. Ainsi un courant d'ions cathodique peut exister donnant lieu à une faible compensation de la charge d'espace électronique, d'où une diminution du potentiel d'amorçage. L'ionisation croissant avec la pression, il est logique que V_a diminue avec l'augmentation de P. On explique de la même façon la variation de V_e avec P.

Conséquence : Il est possible de choisir un chemin d'allumage source, autre que celui du plan (V,B). Cette méthode permettant de faire fonctionner la source dans le domaine II consiste à provoquer l'allumage par augmentation de pression, (ce qui entraîne la diminution du potentiel d'amorçage) et de ramener la pression à la valeur désirée. De plus, on constate qu'il est préférable de ne pas utiliser la source dans la région II au voisinage de la ligne $V_e(B)$ car une diminution de pression entraînerait l'extinction de la source et celle-ci ne se réallumerait pas d'elle-même.

L'augmentation de P se traduit par l'augmentation du nombre de chocs inélastiques dans la source (pour un même champ magnétique, et pour une même tension d'anode). La densité d'ionisation créée croît donc quand P augmente. Corrélativement, l'énergie moyenne acquise entre deux chocs décroît. La *figure 25 b* représente la courbe I(B) pour une tension d'anode de 50 V pour différentes valeurs de la pression. On constate que l'influence de la densité de neutre est très importante pour les faibles valeurs de champ magnétique on peut obtenir une densité d'ionisation comparable à celle que l'on obtiendrait pour une pression moyenne et un champ moyen, avec un champ extérieur appliqué nul et une pression suffisamment élevée ($1{,}5.10^{-4}$ torr). D'autre part, pour un champ magnétique moyen le courant d'arc passe par un maximum pour une pression de l'ordre de 10^{-4} torr. Il est donc inutile de faire fonctionner la source au-delà de cette pression.

Il est possible de rassembler ces résultats sur une surface caractéristique I(V,P) ; celle-ci de façon analogue à la surface I(V,B) permet de mettre en évidence trois régions dans le plan (V,P) où la stabilité et l'allumage de la source sont identiques à ce que l'on a dans le plan I (V,B). C'est ainsi, en particulier que pour la région II l'allumage de la source étant conditionnel, il faut déplacer le point de fonctionnement dans la région III de façon à franchir la ligne $V_a(P)$ et le ramener par un trajet sur la surface au point de fonctionnement désiré. Une différence à noter, ceci est obtenu par une augmentation de la pression, suivie d'une diminution alors que dans le cas I(V,B), le même résultat peut être obtenu par diminution de B, puis réaugmentation.

La représentation d'une surface I(B,P), à tension d'anode constante, présente moins d'intérêt. La *figure 25 b*, représentant un ensemble de courbes I(B) à diverses pressions, permet de s'en faire une idée.

En résumé, pour un type de configuration choisie et pour une cathode et un chauffage cathodiques donnés, le fonctionnement de la source est défini par une surface dans un espace à quatre dimensions (I,B,V,P). Dans cet espace, il existe des portions où le fonctionnement est impossible, des portions où le fonctionnement est possible et l'allumage conditionnel, des portions où le fonctionnement est possible, stable et l'allumage inconditionnel.

La projection de cette surface sur les sous-espaces (à trois dimensions) (I,V,B), (I,V,P) donne les surfaces caractéristiques précédemment citées qui permettent de définir pratiquement le régime de fonctionnement de la source.

V.2.3. Extraction du faisceau -

La création d'un faisceau d'ions à partir du plasma de la source consiste à extraire une partie des ions contenus dans le plasma ; ceci introduit une perturbation dans le fonctionnement de la source, d'autant plus accentuée que le faisceau extrait est intense. Les caractéristiques sources sont modifiées, mais nous pouvons vérifier qu'aucune modification essentielle n'intervient dans le fonctionnement de celle-ci.

Le plasma est limité au niveau de la première grille qui se trouve au potentiel source par une gaine dont l'épaisseur dépend de la densité ionique du plasma ; cette gaine "épouse" la forme de la grille et présente donc des irrégularités de forme correspondant aux trous d'extration. Les ions se déplaçant dans la gaine se dirigent vers la grille et subissent une collision avec celle-ci ou passent dans un trou d'extraction. La transparence géométrique de la grille étant de 34%, le nombre d'ions interceptés par la première grille est donc environ 66% du nombre d'ions dans la gaine.

Le courant d'ions est extrait par le système de trois grilles. La deuxième grille G2, au potentiel -250 V par rapport à la masse, donc au potentiel -(HT + 250) par rapport à la source, a deux fonctions :

- une fonction d'extration et focalisation,
- elle empêche les électrons d'énergie inférieure à 250 eV issus de la chambre à vide d'atteindre la source et l'espace intergrille G1-G2 où le champ électrique est très élevé. En l'absence de cette polarisation, les électrons énergétiques ainsi obtenus fourniraient une ionisation parasite dans une région à potentiel variable (l'ionisation pouvant être multiple, l'énergie des électrons primaires étant élevée). La qualité du faisceau serait donc médiocre, car l'énergie serait mal définie, et la composition du faisceau diversifiée.

La fonction d'extraction est évidente. En effet, pour une HT appliquée nulle, la tension d'extraction des ions du plasma est égale à :

$$250\ V + V_{plasma}$$

V_{plasma} est voisin de V_{anode} en tout point de la source, sauf près de la cathode et de l'anode. La tension d'extration est donc de 300 V pour une accélération nulle. On constate donc que l'on pourra obtenir des efficacités d'extraction élevées même pour de faibles tensions d'accélération du faisceau.

V.2.3.1. - Variations du courant extrait -

L'extraction d'un faisceau est conditionnée par la densité du plasma au voisinage de la grille et par la géométrie du système d'extration. L'expérience prouve que l'intensité du faisceau extrait est de l'ordre de 70 mA pour une haute tension de 1000 V, la surface d'extraction est un cercle de diamètre 10 cm de transparence 34%, ce qui donne une densité moyenne de

courant extrait de 3 mA/cm^2. Il est intéressant de déterminer si la valeur du courant extrait est limitée par la géométrie du système extracteur ou par une densité de plasma insuffisante.

Le système d'extraction étant plan, la valeur limite de la densité de courant est donnée par la loi de CHILD-LANGMUIR :

$$i_{max.} = \frac{4}{9} \varepsilon o \, (2e/M)^{1/2} \, V_A^{3/2} / d^2$$

d : est l'espace intergrille G_1-G_2

M : la masse atomique de l'argon = 40

V_A : la tension d'extraction, soit HT + 250 V + V_{plasma}

Numériquement la loi théorique dans ce cas donne :

$$i_{max.} = 2.10^{-3} \, V_A^{3/2} \text{ A/cm}^2$$
$$= 2.10^{-4} \, V_A^{3/2} \text{ mA/cm}^2$$

Soit pour une haute tension de 1000 V, c'est-à-dire
V_A = 1000 V + 250 V + 50 V = 1300 V

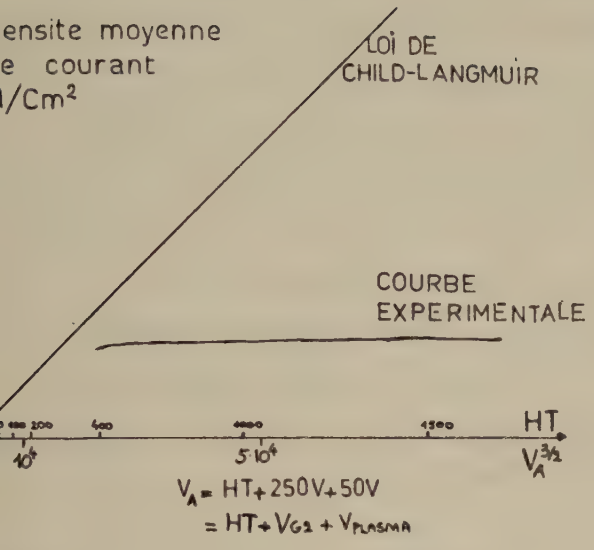
$$i_{max.} = 9,4 \text{ mA/cm}^2$$

Pour une haute tension de 1700 V, c'est-à-dire V_A = 2000

$$i_{max.} = 18 \text{ mA/cm}^2$$

Or, on constate (*Fig.27*) expérimentalement que la densité de courant moyenne ne suit pas une loi en $V^{3/2}$ et que la courbe expérimentale présente un palier situé très en-dessous de la loi de CHILD (pour une HT supérieure à 250 V environ). En conclusion, le courant ionique n'est pas limité par la loi de CHILD mais par la valeur insuffisante de la densité ionique du plasma dans la source.

Si l'on s'intéresse à la déformation de la courbe I extrait (HT) lorsque l'on fait varier la pression (*Fig.28*), on constate qu'une augmentation de pression se traduit par un décalage général de la courbe dans le sens de l'augmentation du courant extrait. La courbe se rapproche donc de la courbe théorique de CHILD-LANGMUIR. L'augmentation de pression se traduisant par une augmentation de la densité d'ionisation, on constate bien que le courant extrait est limité essentiellement par la densité du plasma au niveau de la première grille.



G.27

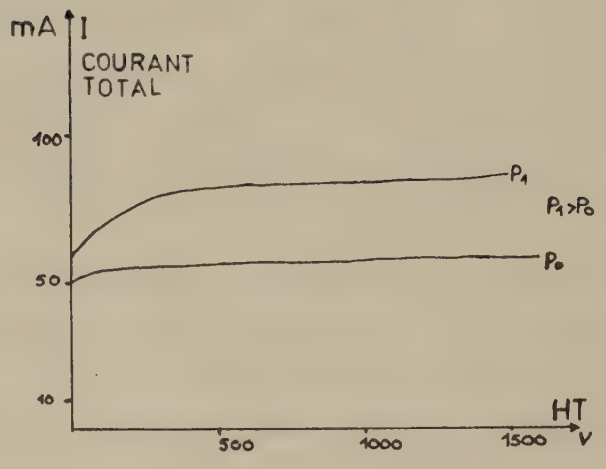


FIG.28

MISE EN EVIDENCE DE LA LIMITATION DU COURANT EXTRAIT
DUE A LA DENSITE INSUFFISANTE DE PLASMA SOURCE

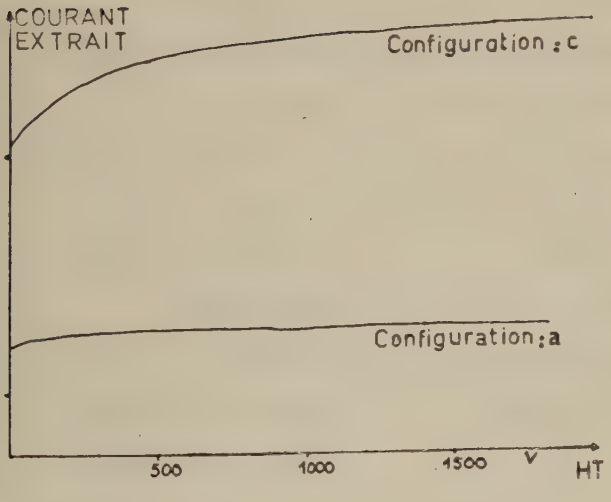


FIG.29

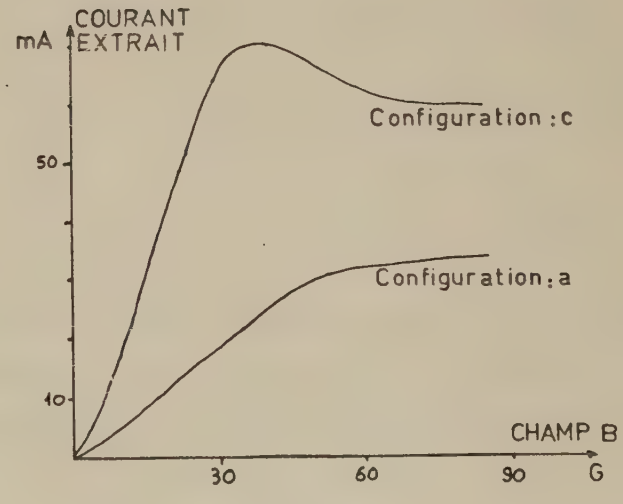


FIG.30

IMPORTANCE DE LA CONFIGURATION POUR
L'EXTRACTION DU FAISCEAU

D'autre part, il est possible de mettre en évidence, l'incidence sur le courant extrait, du montage choisi, a, b, c ou d. En fait, on constate que seul le type de configuration magnétique joue un rôle ; en effet, le comportement des montages a et d d'une part, b et c d'autre part, sont identiques. Il apparaît (*Fig.29*) qu'une configuration où les champs magnétiques sur l'axe sont antiparallèles est préférable à la configuration inverse ; les courants extraits sont en effet beaucoup plus importants.

On est ainsi amené à étudier la variation du courant extrait en fonction du champ magnétique extérieur imposé. Dans le cas où les champs magnétiques sont antiparallèles (*Fig.30*), le courant extrait augmente rapidement avec B pour atteindre un maximum vers 30 gauss ; le courant étant ensuite stationnaire. Dans le cas où les champs sont parallèles, la courbe croît de façon monotone ; le champ maximum appliqué est insuffisant pour atteindre un maximum de la courbe et les valeurs obtenues sont beaucoup plus faibles que pour les montages à champs antiparallèles ; surtout pour les faibles valeurs de B.

Le montage à champs antiparallèles semble donc plus intéressant du point de vue du courant extrait. En effet :

- quelle que soit la valeur de la haute tension, il donne un courant supérieur à celui de l'autre montage,
- il donne un courant supérieur à celui de l'autre montage quelle que soit la valeur du champ magnétique,
- le maximum est obtenu pour de faibles valeurs de B, ce qui est intéressant du point de vue énergétique.

En résumé, à ce stade de notre étude nous choissons le montage c, car c'est un montage à champs antiparallèles et que le potentiel d'amorçage de ce montage est inférieur à celui du montage b (où la polarisation cathodique est positive).

V.2.3.2.- Charge d'espace -

Le faisceau extrait de la source a un diamètre de 10 cm à la sortie du système de grilles. Nous verrons plus loin que la densité de courant n'est pas constante dans ce plan.

Le faisceau se trouve ensuite dans un espace de glissement où la pression résiduelle est de l'ordre de 10^{-4} torr. Après un parcours variable

suivant les cas entre 10 et 20 cm, il est interrompu par le premier électrode recouvert de tissus et refroidi par circulation d'eau ; l'ouverture centrale délimitant le cône faisceau est utilisée pour l'extraction.

Sur ce parcours, les forces de charge d'espace d'un tel faisceau, non neutralisé sont très importantes ; en effet, l'effet de charge d'espace d'un faisceau de diamètre initial r_0, de particules (e,M) d'énergie E = qV s'exprime par /43/ :

$$\begin{cases} z = \dfrac{2r_0}{\sqrt{2A}} \displaystyle\int_0^t e^{t^2}\, dt \\ r = r_0\, e^{t^2} \end{cases} \qquad \text{avec } A = \frac{2\,q\,I}{\varepsilon_0 M v^3}$$

Une formule simplifiée obtenue, en supposant implicitement le divergence faible, de telle sorte que la vitesse sur l'axe des particules reste constante, donne :

$$\frac{\Delta r}{r} = \frac{I}{2\sqrt{2}\,\varepsilon_0\, r^2} \left(\frac{2}{M}\right)^{-1/2} \cdot \frac{z^2}{V^{3/2}}$$

avec E = q V

Numériquement :

z = 1 cm

I = 0,1 A $\quad \rightarrow \quad \dfrac{\Delta r}{r} = 0{,}25$

r = 5.10^{-2} m

V = 1000

L'effet de charge spatiale est donc énorme, le faisceau tendrait donc éclater dès sa sortie du système d'extraction. Or, expérimentalement, on constate que sur une distance de transport de 20 cm le rayon du faisceau varie de 10 cm à 20 cm, ce qui est très important mais très inférieur aux résultats du calcul théorique. L'écart entre la mesure et le calcul théorique précédent s'explique par un phénomène de neutralisation partielle de charge d'espace par une charge d'espace électronique dont l'origine peut être :

- l'ionisation secondaire sur le électrode,
- l'ionisation du gaz résiduel d'argon par les ions argon rapides.

Nous avons vu en effet que la section efficace de la réaction :

$$Ar^+ + Ar \rightarrow Ar^+ + Ar^+ + e^-$$

présente une section efficace relativement élevée à haute énergie ; environ 3.10^{-16} cm^2 à 1 keV. Le libre parcours moyen d'un ion est de l'ordre de 10 m ; la proportion d'ions participant à l'ionisation du gaz est donc de 2%. Ces électrons sont piégés à l'intérieur du faisceau, et contribuent ainsi à diminuer l'effet de charge d'espace. Examinons comment ces électrons se répartissent à l'intérieur du faisceau.

Considérons un faisceau de même géométrie que celui dont nous disposons, non neutralisé. Celui-ci est transporté dans un cylindre équipotentiel de 50 cm de diamètre (enceinte à vide), entre deux surfaces équipotentielles au même potentiel: le diaphragme et la troisième grille. Par la présence du faisceau, le volume n'est pas équipotentiel.

Le champ produit par un cylindre où la charge volumique de charges est ρ, est à la distance r :

$$E = \frac{\rho\, r}{\rho\, \varepsilon_0}$$

Lorsque l'on se trouve à une distance suffisante des plans équipotentiels d'extrémité, on peut admettre que la répartition du potentiel est une courbe V(R) analogue à celle de la *figure 31*.

Si l'on s'intéresse à la courbe de potentiel suivant l'axe z on obtient une courbe du même type avec un maximum de potentiel au voisinage du milieu et une valeur nulle aux extrémités (*Fig.31*).

Il existe donc un puits de potentiel très important. On peut donner comme ordre de grandeur de la profondeur de ce puits, la valeur :

$$V = \frac{I}{4\,\pi\,\varepsilon_0\,v}$$ v étant la vitesse des particules.

Ce qui donnerait pour un faisceau de 1 mA d'argon sous 1 kV: V = 160 v. En fait, les électrons provenant de l'ionisation partielle de l'atmosphère résiduelle naissent à un potentiel $V \neq 0$; ils ne peuvent donc pas atteindre les parois à potentiel nul et sont piégés dans le puits de potentiel et ne peuvent en sortir ; le nombre d'électrons présents dans le faisceau est donc la conséquence de l'équilibre entre la création par chocs ions-atomes et la recombinaison ion-électron. La divergence du faisceau est donc tributaire de l'existence d'un puits de potentiel à l'intérieur de celui-ci, lui-même

Nous avons vu en effet que la section efficace de la réaction :

$$Ar^+ + Ar \rightarrow Ar^+ + Ar^+ + e^-$$

présente une section efficace relativement élevée à haute énergie ; environ 3.10^{-16} cm^2 à 1 keV. Le libre parcours moyen d'un ion est de l'ordre de 10 m ; la proportion d'ions participant à l'ionisation du gaz est donc de 2%. Ces électrons sont piégés à l'intérieur du faisceau, et contribuent ainsi à diminuer l'effet de charge d'espace. Examinons comment ces électrons se répartissent à l'intérieur du faisceau.

Considérons un faisceau de même géométrie que celui dont nous disposons, non neutralisé. Celui-ci est transporté dans un cylindre équipotentiel de 50 cm de diamètre (enceinte à vide), entre deux surfaces équipotentielles au même potentiel:le diaphragme et la troisième grille. Par la présence du faisceau, le volume n'est pas équipotentiel.

Le champ produit par un cylindre où la charge volumique de charges est ρ, est à la distance r :

$$E = \frac{\rho\, r}{\rho\, \varepsilon_o}$$

Lorsque l'on se trouve à une distance suffisante des plans équipotentiels d'extrémité, on peut admettre que la répartition du potentiel est une courbe V(R) analogue à celle de la *figure 31*.

Si l'on s'intéresse à la courbe de potentiel suivant l'axe z on obtient une courbe du même type avec un maximum de potentiel au voisinage du milieu et une valeur nulle aux extrémités (*Fig.31*).

Il existe donc un puits de potentiel très important. On peut donner comme ordre de grandeur de la profondeur de ce puits, la valeur :

$$V = \frac{I}{4\,\pi\,\varepsilon_o\,v}$$ v étant la vitesse des particules.

Ce qui donnerait pour un faisceau de 1 mA d'argon sous 1 kV: V = 160 v. En fait, les électrons provenant de l'ionisation partielle de l'atmosphère résiduelle naissent à un potentiel $V \neq 0$; ils ne peuvent donc pas atteindre les parois à potentiel nul et sont piégés dans le puits de potentiel et ne peuvent en sortir ; le nombre d'électrons présents dans le faisceau est donc la conséquence de l'équilibre entre la création par chocs ions-atomes et la recombinaison ion-électron. La divergence du faisceau est donc tributaire de l'existence d'un puits de potentiel à l'intérieur de celui-ci, lui-même

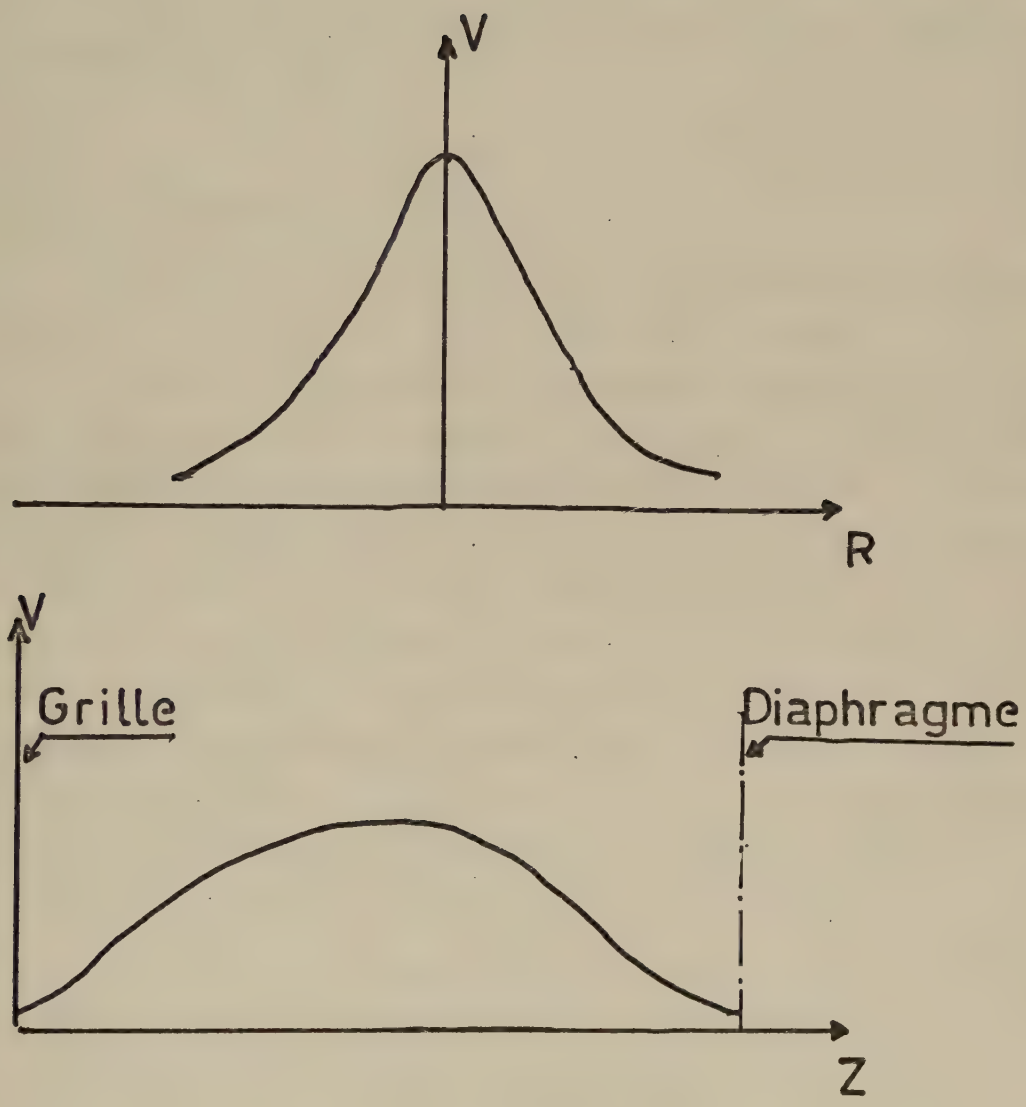


FIG.31 Repartition du potentiel dans le faisceau

résultat de l'équilibre entre la charge ionique du faisceau et la charge électronique piégée.

Une remarque importante : le puits de potentiel présente un maximum de profondeur sur l'axe du faisceau. La neutralisation partielle est donc mieux réalisée sur l'axe et au voisinage de celui-ci que lorsque l'on s'en éloigne. La divergence du faisceau est donc minimum sur l'axe et s'accroît avec r.

V.2.3.3. _ Géométrie du faisceau -

La divergence du faisceau entraîne une diminution de la densité moyenne de courant lorsque l'on s'éloigne de la source.

La diminution de la densité de courant (*Fig.17*) sur l'axe du système impose d'utiliser le faisceau à une distance de la source suffisante pour éliminer les effets de grille sur l'homogénéité, et la plus faible possible pour obtenir une densité de courant suffisante. Un bon compromis nous a paru être une distance entre 16 et 22 cm.

Le faisceau, de par la construction du canon, présente une symétrie axiale ; à la sortie du système d'extraction, la répartition de la densité de courant n'est pas nécessairement uniforme. Il est intéressant de connaître cette répartition f (r) à une distance z de la source correspondant à la portion habituelle d'utilisation du faisceau. Par définition f (r) est le courant reçu par l'élément dS à la distance z.

$$f(r) = \frac{dI(r)}{dS}$$

$$\int_0^{r\ max.} f(r) \cdot 2\pi r\, dr = Io$$

Remarque : f (r) est l'intégrale sur 2π stéradian de tous les courants élémentaires $i(\theta,\phi)$ frappant la surface dS. La mesure de f(r) est effectuée au moyen d'une sonde de faibles dimensions (2 mm) déplacée radialement dans le faisceau. Deux méthodes ont été utilisées pour cette étude :

- tracé par points,par mesure du déplacement, et du courant sur un galvanomètre,

- tracé rapide permettant d'éviter les fluctuations de la source par utilisation d'un système comprenant un oscilloscope attaqué en Y par le

courant sonde, attaqué en X par une tension proportionnelle au déplacement (celle-ci déterminée par la longueur d'un fil résistant) ou bien utilisation d'un balayage lent en X, le déplacement de la sonde s'effectuant à vitesse constante (équilibre entre la pression atmosphérique et les forces de frottement visqueux).

La courbe ainsi tracée est enregistrée au moyen d'un appareil photo polaroïd. Cette dernière méthode permet de faire de nombreux tracés et ainsi vérifier l'évolution de la fonction f(r) en fonction des paramètres sources. Il ressort de cette étude que les paramètres sources importants sont dans l'ordre :

- la configuration magnétique,
- la valeur du champ magnétique.

L'influence de la configuration sur la géométrie du faisceau est mise en évidence sur la *figure 32* représentant les courbes f(r) pour les configurations a et c (tous paramètres identiques par ailleurs). On constate donc que le montage c présente l'avantage par rapport au montage a, d'une bonne homogénéïté de courant au voisinage de l'axe du faisceau, alors que dans le cas du montage a la courbe f(r) n'est pas monotone et présente un maximum parfois accusé sur l'axe.

Nous avons pu vérifier que la forme de la courbe f(r) se conserve pour la configuration c lorsque l'on fait varier l'intensité du champ magnétique et la valeur de la haute tension (*Fig.33*). Par contre, la configuration a ne présente pas le même avantage. Sur la *figure 17* sont représentées les fonctions f(r) correspondant à une même haute tension et à des champs magnétiques différents. L'augmentation du champ magnétique se traduit par une augmentation de l'intensité totale. Celle-ci est obtenue par une augmentation de la densité de courant au centre devenant rapidement stationnaire, alors que la densité de courant sur le pourtour du faisceau augmente et devient égale ou supérieure à la densité de courant centrale. L'augmentation du champ magnétique ne conserve pas la forme du profil f(r).

En résumé : la configuration c présente par rapport à la configuration a les avantages supplémentaires suivants :

- homogénéïté centrale,
- conservation de l'homogénéïté et de la forme du profil de densité avec B et la HT.

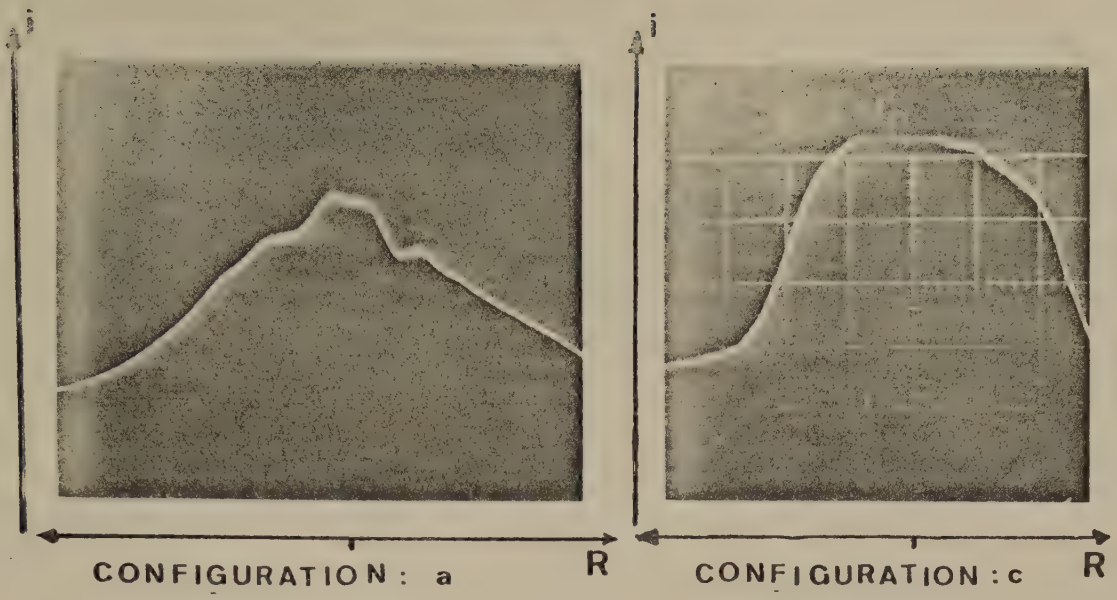


FIG.32 PROFILS RADIAUX DE DENSITE DE COURANT DE FAISCEAU

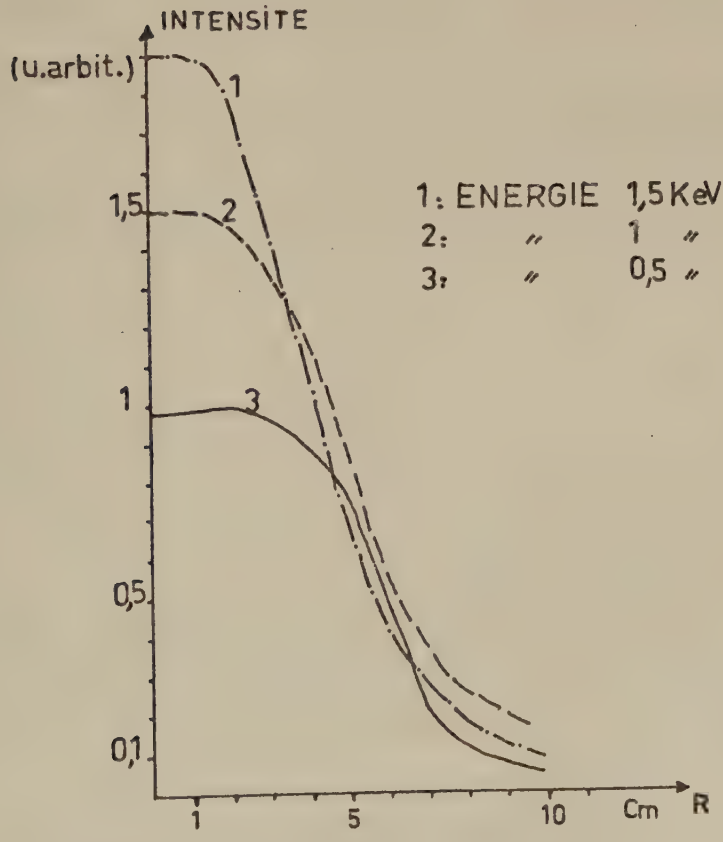


FIG. 33 Homogeneite du faisceau a 20 cm de la source, pour trois energies (configuration: c)

V.2.3.4. - Composition du faisceau -

La nature et l'énergie des particules contenues dans le faisceau sont deux paramètres importants intervenant dans le phénomène de sputtering. Soit Φ_s le flux de particules arrachées à la cible par pulvérisation ; le faisceau de pulvérisation comportant les proportions Φ_o, Φ_1, Φ_2, .. Φ_n de particules, neutres, une, deux, .. n fois chargées.

Soit S(Ei) le rendement de pulvérisation de la particule incidente d'énergie Ei.

Alors : $$\Phi_S = \Phi_o \, S_{(E_o)} + \Phi_1 \, S_{(E_1)} + \Phi_2 \, S_{(E_2)} + \ldots.$$

l'indice 0 correspondant aux particules neutres,
l'indice 1 correspondant aux particules une fois chargées, etc ...

Dans le cas où ces particules 1, 2, 3 ... n fois chargées ont été accélérées sous la même différence de potentiel, on a :

$$E_j = j \, E_1$$

d'où

$$\Phi_S = \Phi_o \, S_{(E_o)} + \sum_{j=1} \Phi_j \, S_{(j.E_1)}$$

Or, la mesure du courant total collecté donne une valeur proportionnelle à :

$$I = \sum_{j=1}^{\infty} j \, \Phi_j$$

Nous devons comparer I et Φ_S.

$$\begin{cases} I = \Phi_1 + 2\,\Phi_2 + 3\,\Phi_3 + \ldots \\ \Phi_S = \Phi_o . \, S_{(E_o)} + \Phi_1 \, S_{(E_1)} + \Phi_2 \, S_{(2E_1)} + \ldots \end{cases}$$

Nous constatons donc que le flux de particules éjectées n'est pas relié d'une façon simple au courant I bombardant la cible ; en particulier si Φ_1, Φ_2, Φ_3 ne restent pas en proportions constantes, le rapport Φ_S/I varie.

Il est donc important de connaître la nature des particules contenues dans le faisceau et leur état de charge, soit de déterminer les rapports q/M des particules du faisceau.

a)- Détermination de la quantité $\phi_o \cdot S_{(E_o)}$

La détermination du flux de particules neutres peut s'envisager de deux façons ; après séparation du faisceau en deux parties neutres et particules chargées au moyen d'un champ électrique, on peut utiliser :

- soit l'émission secondaire due aux particules neutres sur la cible réceptrice,
- soit la pulvérisation due à ces particules dont l'efficacité est la même que celle de particules non chargées.

La première méthode présente l'inconvénient majeur d'être très peu sensible ; les coefficients d'émissions secondaires de l'argon à 1 kV sont de l'ordre de 0,1 ; de plus, il est difficile d'isoler la cible des influences électriques parasites dues au transport du faisceau dans l'enceinte et à l'ionisation du gaz résiduel. Nous avons appliqué la deuxième méthode qui est pratiquement insensible aux inconvénients de la précédente et dont la sensibilité est bonne, les coefficients de pulvérisation à 1 kV étant voisins de 1.

L'utilisation de champs électriques résout simplement le problème. Le montage utilisé (*Fig.34*) comprend un système de déviation composé de deux plaques portées à des potentiels symétriques par rapport à la masse. Afin de visualiser aisément l'impact des deux faisceaux, la cible utilisée est une couche mince (1000 Å) de silice thermique. La propriété utilisée est la couleur caractéristique de l'épaisseur de silice sur le substrat monocristallin de silicium.

On met en évidence deux positions d'impacts :

- l'une dans l'axe du système de diamètre identique à celui du diaphragme collimatant le faisceau avant le dispositif de déflection,
- l'autre à environ 3 cm de l'axe, de diamètre important (1,5 cm) dû à l'impact du faisceau chargé ayant divergé pendant le trajet diaphragme-cible.

Cette expérience permet de mettre en évidence deux caractéristiques importantes du faisceau :

- la faible vitesse radiale des particules arrivant au niveau du diaphragme,
- le faible taux de particules neutres.

Une particule dont l'impact se trouve sur l'axe du système est une particule dont la neutralité est antérieure au franchissement du diaphragme ou concomittante. La dispersion des vitesses radiales de ces particules après le franchissement du diaphragme est donc la même que celle des particules arrivant au niveau du diaphragme. Or, l'impact du faisceau neutre (*Fig.35*) se présente comme l'image d'une partie de la grille d'extraction ; en effet, elle comporte plusieurs impacts distincts et nets se chevauchant, représentant une fraction du réseau hexagonal de la grille d'extraction (*Fig.35*). Ceci permet d'évaluer l'ouverture angulaire des sous-faisceaux extraits de chaque trou de la grille, ceci au niveau du diaphragme. Seuls les trous de la grille les plus proches du trou se trouvant sur l'axe du diaphragme donne une image ; c'est-à-dire que l'image donnée par le faisceau neutre comporte 3 ou 4 impacts. Nous pouvons évaluer l'ouverture angulaire v_r/v_z. En effet v_r/v_z est égal au rapport de d à la distance du diaphragme à la cible, soit 10 cm.

$$\frac{v_r}{v_z} = d/10 \text{ cm} \qquad \text{Or } d \sim 2{,}5 \text{ mm}$$

$$\frac{v_r}{v_z} = 2{,}5\ 10^{-2} \qquad \text{Dispersion angulaire} = 3°$$

On constate donc que la dispersion angulaire est faible au niveau du diaphragme et au voisinage de l'axe. Ceci s'explique simplement par le fait que cette mesure concerne le centre du faisceau où l'effet de charge d'espace est le plus faible. En effet, nous avons vu que la neutralisation partielle par les électrons piégés dans le faisceau est maximum sur l'axe. En résumé, la faible divergence sur l'axe est obtenue au détriment des régions extérieures du faisceau qui créent une charge d'espace électronique participant essentiellement à la neutralisation globale sur l'axe du faisceau.

Ceci explique que le sous-faisceau sélectionné par le diaphragme, ne bénéficiant pas du même effet, diverge rapidement. En effet, les électrons piégés dans le puits de potentiel du faisceau au-dessus du diaphragme ne peuvent atteindre le petit puits du sous-faisceau car ils ne peuvent franchir le passage à faible potentiel entre ces deux puits. La neutralisation globale du sous-faisceau est donc faible ; on constate expérimentalement que la divergence de ce faisceau peut être importante pour des distances de transport de quelques centimètres (pour z= 10, r peut être multiplié par 5). Ceci rend donc obligatoire l'utilisation du sous-faisceau près du diaphragme.

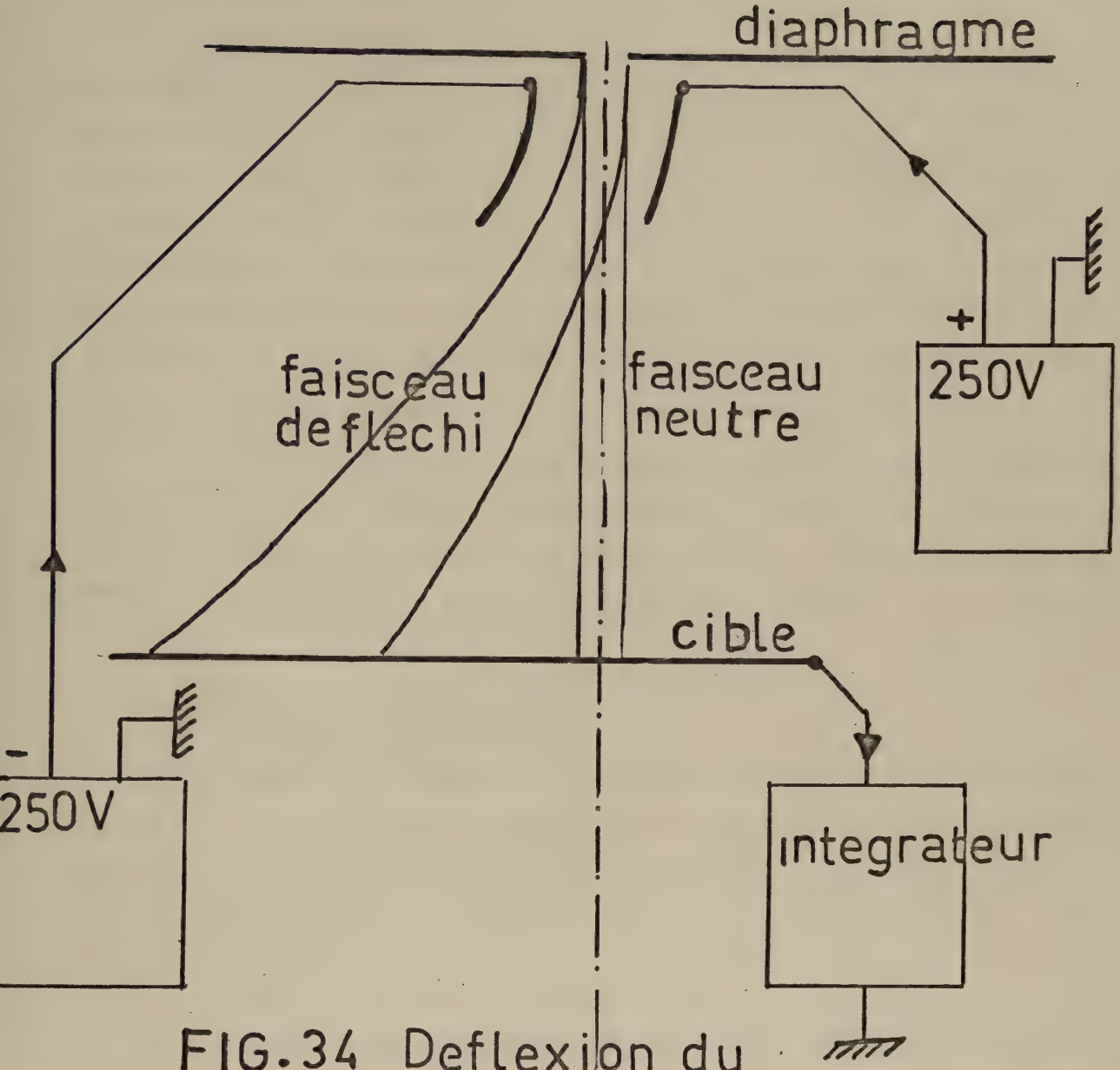


FIG.34 Deflexion du faisceau

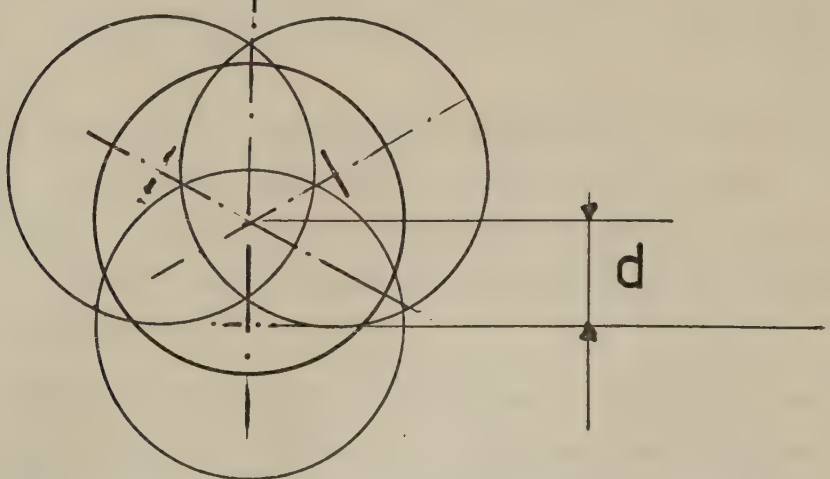


FIG.35 Impact du faisceau neutre

Le taux de particules neutres a été mesuré au cours de trois expériences différentes afin de vérifier la reproductibilité du résultat. La mesure consiste à déterminer le rapport du nombre d'atomes pulvérisés par le faisceau neutre au nombre d'atomes pulvérisés par le faisceau chargé. On ne mesure donc pas en réalité le rapport de deux flux car l'énergie du flux de particules neutres est mal connue (et donc l'éfficacité de pulvérisation des particules). On mesure donc le rapport des efficacités globales de pulvérisation ; ce qui est le paramètre important dans les expériences.

Les diverses mesures donnent un taux d'atomes neutres < 4%.

Afin d'obtenir une bonne reproductibilité des abrasions, il est donc nécessaire que les paramètres de fonctionnement du canon à ions soient constants. En particulier on choisira un fonctionnement à pression constante qui permettra d'obtenir un taux de particules neutres constant.

b)- Analyse des rapports q/M -

L'analyse de la composition du faisceau consiste à déterminer les rapports q/M des particules chargées contenues dans le faisceau. Pour réaliser ceci, la solution a priori la plus simple est l'utilisation d'une analyse magnétique. Cette méthode n'est cependant pas applicable dans notre cas. Deux raisons à cela :

- la valeur élevée de la rigidité magnétique,
- la charge d'espace introduisant une dispersion du faisceau implique de travailler sur de très courtes distances, donc perte de sensibilité, mais fait plus grave, nécessité de champs magnétiques très intenses. Pratiquement, on serait amené à s'imposer un rayon de courbure de l'ordre du cm qui imposerait un champ de 2,8 T !

On est donc amené à chercher une méthode d'analyse non sujette aux inconvénients précédents. Il paraît logique d'utiliser un sous-faisceau axial pour lequel nous avons vu que l'effet de charge d'espace est le plus faible. Nous avons choisi d'effectuer une sélection des vitesses des particules par une méthode de temps-de-vol.

Dans une telle méthode, l'information fournie est la durée du temps de transit T_o entre le plan origine choisi et la cible d'arrivée. Pour des

particules (q,M) ayant été accélérées sous une différence de potentiel V, le temps de transit est relié à la longueur de transit l par la relation :

$$T_o = \frac{l}{\sqrt{2\,V}} \cdot \sqrt{\frac{M}{q}} = k \cdot \sqrt{\frac{M}{q}}$$

L'information T_o est donc proportionnelle à $\sqrt{\frac{M}{q}}$; la méthode permet donc de déterminer la composition du faisceau.

Pratiquement pour des ions argon de 1 keV une fois chargés

$$\frac{T_o}{l} = \frac{1}{\sqrt{2\,V}} \cdot \sqrt{\frac{M}{q}} = 1{,}45.10^{-5}\ \text{ns/cm}$$

$$\frac{T_o}{l} = 145\ \text{ns/cm} \qquad v = 69\ \text{km/s}$$

La mesure devant être effectuée dans l'enceinte à vide dont la hauteur est de l'ordre de 25 cm, les résultats de mesure sortiront sous la forme d'impulsions sur une échelle de temps s'étendant de 0 à quelques microsecondes. Le pic Ar^+ se trouvant à l'abcisse 3 µs pour une longueur de vol de 20 cm.

Opérer une sélection des vitesses sur le faisceau d'ions implique de bien définir l'instant de départ et d'arrivée des particules. Pour cela, une modulation impulsionnelle du faisceau s'impose. La durée de l'impulsion de modulation devra être très inférieure au temps de vol, donc < 1 µs.

On peut envisager de moduler le fonctionnement de la source de façon à ce que le faisceau présente les mêmes pulsations. Il s'avère rapidement que ceci est irréalisable ; en effet, en plus des difficultés techniques présentées par cette solution, il s'avère que la source à des temps propres d'allumage et d'extinction prohibitifs.

Il est donc nécessaire d'opérer la modulation directement sur le faisceau extrait ; on peut alors décider de moduler le faisceau en amplitude par tout ou rien : le faisceau n'existe alors que pendant la durée très brève de l'impulsion ; on peut donc mesurer avec précision la date de départ et la date d'arrivée. Nous avons choisi une modulation des vitesses, car la solution précédente nous a paru présenter des difficultés de réalisation inacceptables.

Le principe de la méthode consiste à altérer la vitesse d'un groupe de particules en un point précis de l'espace ; l'altération des vitesses est

suffisante pour que ces particules ne se déplaçant pas à la même vitesse que l'ensemble du faisceau puissent être séparées à leur arrivée sur la cible par la perturbation qu'elles apportent, au courant cible par exemple. Afin de sensibiliser la méthode, il convient d'utiliser une modulation des vitesses opérant un "groupement en paquets" (bunching).

La réalisation consiste en l'utilisation de l'espace inter-grille G2-G3 pour la modulation (*Fig.36*). Le courant étant recueilli sur la cible à la distance (D+D'). A la distance D de la grille G3 le diaphragme sélectionne un sous-faisceau. G3 et le diaphragme étant équipotentiels, le faisceau se déplace dans un espace de glissement de longueur D. De plus, il est possible de faire varier la hauteur de la cible réceptrice, soit la distance D + D', ainsi que la distance D.

L'ensemble source étant à tension constante (HT), G2 à tension constante (-250 V) afin de respecter les conditions de fonctionnement usuel de la source, une impulsion de durée T est appliquée à la grille G3. τ étant le temps de transit dans l'espace intergrille, on choisit : $T > \tau$

Or T_o étant le temps de transit du faisceau entre le point de modulation et la cible, on doit avoir :

$$T_o \geqslant T > \tau$$

Comme $\frac{T_o}{\tau} \sim \frac{D+D'}{d} \Longrightarrow D+D' >> d.$

D'autre part, le temps de transit T_D dans l'espace de glissement devant être supérieur à la durée de l'impulsion, on doit avoir :

$$T_D >> T$$

De plus, afin d'éviter un effet de modulation parasite entre le diaphragme et la cible, on doit avoir :

$$D' >> d$$

En résumé :

$$\begin{cases} T_D >> T > \tau \\ D' >> d \end{cases}$$

Pratiquement, d étant de l'ordre de 5 mm, τ de 80 ns, le choix de D$\sim$16 cm, D'$\sim$ 7 cm convient bien pour une valeur de T = 300 ns. En effet :

$$T_o \sim 3{,}2\,\mu s \qquad T_D \sim 2{,}3\,\mu s$$

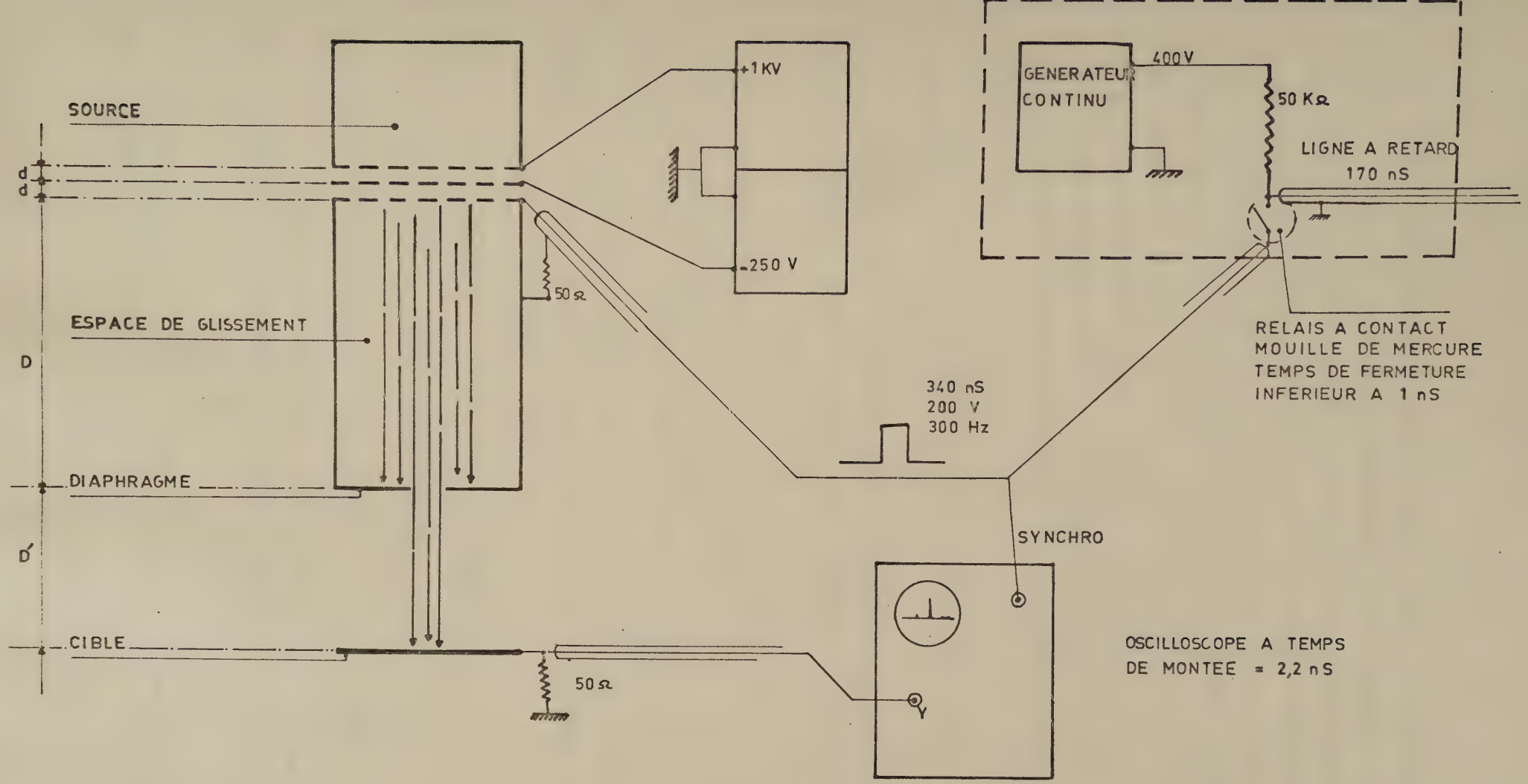


FIG. 36 ETUDE DU FAISCEAU - SELECTION DES VITESSES - SCHEMA EXPERIMENTAL

Nous avons adopté pour valeur de T : 340 ns. L'impulsion de modulation est fournie par un ensemble constitué d'une alimentation pouvant délivrer une tension variable entre 0 et 600 V, d'une ligne coaxiale 50 ohms 170 ns, d'un interrupteur à contact mouillé de mercure commandé par une tension alternative à 300 Hz et dont le temps de fermeture est < 0,25 ns. Le principe de fonctionnement est le suivant : on charge la ligne sous la tension générateur à travers une résistance élevée. La fermeture du relais rend possible la décharge de la ligne sur une résistance de 50 ohms. On obtient ainsi une impulsion d'amplitude moitié de la tension générateur et dont la durée correspond à deux fois la longueur de la ligne soit 340 ns. Il est ainsi possible d'obtenir des impulsions de 340 ns, 0 ± 300 V, à temps de montée très rapide (0,25 ns).

Intéressons-nous à la date d'arrivée t' d'une particule ayant franchi la grille G2 à l'instant t.

Prenons comme origine des temps le début de l'impulsion. Pour un faisceau non modulé, on a quelle que soit la particule :

$$t' = t + T_o + \tau$$

Convenons d'appeler $T_o + \tau$: Δt , $t' = t + \Delta t$.

Une particule arrivant en G2 à un instant $t < -\tau$ ou $t > T$ ne subira pas l'influence de l'impulsion de modulation ; on aura donc $t' = t + \Delta t$.

Une particule arrivant en G2 à $0 < t < T - \tau$ subira totalement l'impulsion de tension et son énergie V variera de ΔV, sa vitesse de Δv ;

$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{1}{2} \frac{\Delta V}{V}$$

Par conséquent, le temps $t - t'$ variera de δt.

Avec $$\frac{\delta t}{\Delta t} = - \frac{\Delta v}{v} = - \frac{1}{2} \frac{\Delta V}{V}$$

On aura alors $t' = t + \Delta t - \frac{\Delta t}{2} \frac{\Delta V}{V} = t + \Delta t \left(1 - \frac{\Delta V}{2V}\right)$

La courbe représentative de cette relation est donc une droite parallèle à celle du cas précédent ; la translation sur t' correspondant à

$$- \frac{\Delta t}{2} \frac{\Delta V}{V}$$

Dans les cas $- \tau < t < 0$ et $T - \tau < t < T$ la particule subit partiellement l'effet de modulation des vitesses.

Dans ces intervalles $\frac{\delta t}{\Delta t}$ est une fonction de t.

Dans l'intervalle $(-\tau, 0)$:

$$\frac{\delta t}{\Delta t} = -\frac{1}{2}\frac{\Delta V}{V} \cdot \frac{t - (-\tau)}{0 - (-\tau)} = -\frac{1}{2}\frac{\Delta V}{V} \cdot \frac{t + \tau}{\tau}$$

Dans l'intervalle $(T-\tau, T)$:

$$\frac{\delta t}{\Delta t} = -\frac{1}{2}\frac{\Delta V}{V} \cdot \frac{t - T}{T - \tau - T} = -\frac{1}{2}\frac{\Delta V}{V} \cdot \frac{T - t}{\tau}$$

En fait, ces expressions ne sont qu'approchées ; les relations t' (t) dans ces intervalles ne sont pas des portions de droites et la courbes t'(t) ne présente pas de discontinuités ainsi que sa dérivée lorsque l'on passe d'un intervalle à un autre (*Fig.37*). Cette courbe présente toujours 2 points d'inflexion dans les intervalles transitoires.

La courbe t'(t) permet de déterminer la forme du courant reçu par la cible en fonction de t'. En effet, considérons un intervalle dt'. Pendans cet intervalle dt', la cible recevra toutes les particules émises pendant l'intervalle dt correspondant. D'où :

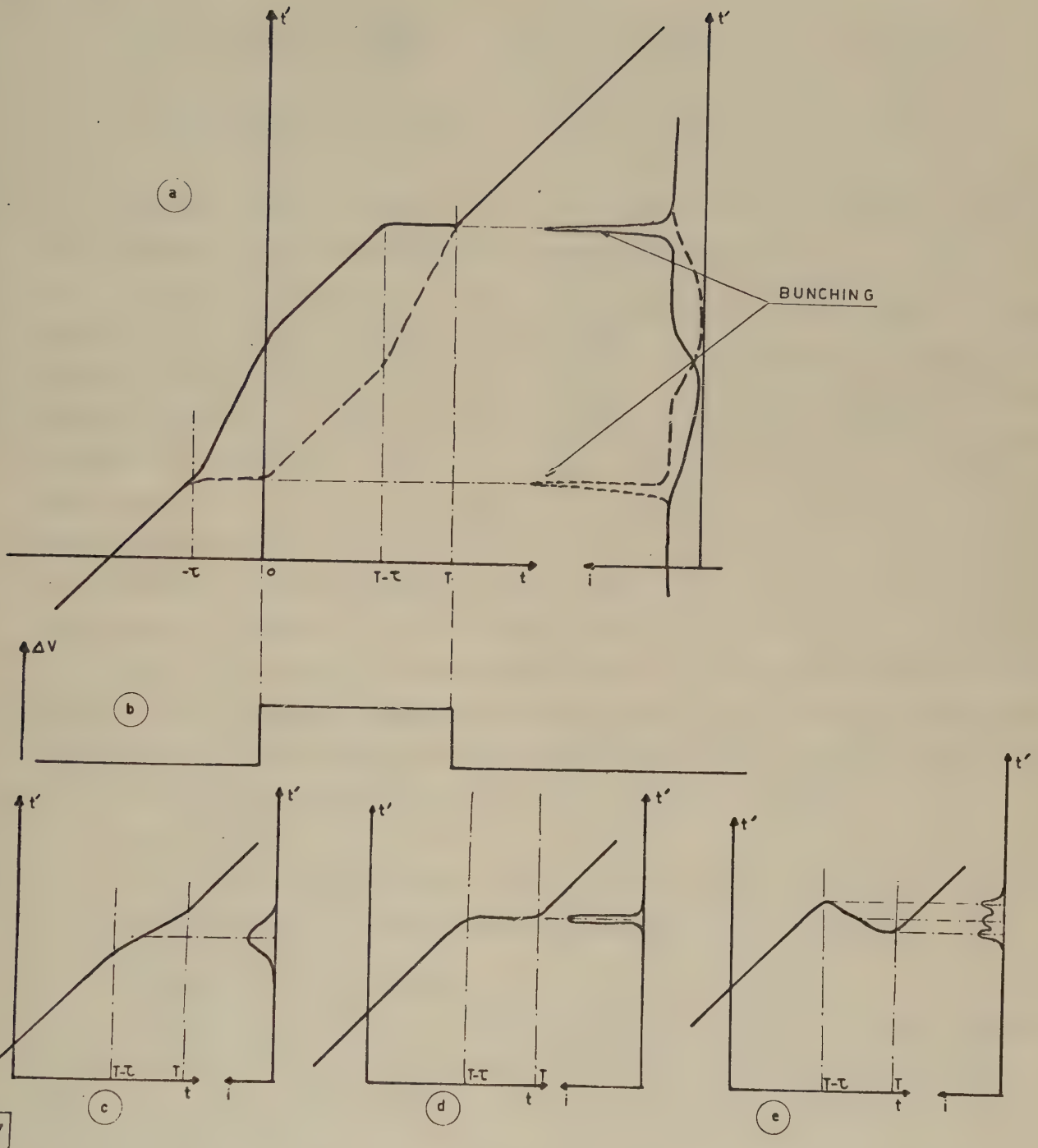
$$i(t') = K \frac{dt}{dt'} = K.1/dt'/dt$$

Le courant cible présentera un maximum ou pic quand $\frac{dt'}{dt}$ sera minimum ; le courant cible sera minimum ou présentera un creux lorsque $\frac{dt'}{dt}$ sera maximum.

Quel que soit le signe de l'impulsion choisi, il existe un intervalle où $\frac{dt'}{dt}$ est maximum (le courant cible présente un creux assez large) et un intervalle où $\frac{dt'}{dt}$ passe par un minimum correspondant au point d'inflexion de la courbe.

Ce minimum existe quelle que soit la valeur de $\frac{\Delta V}{V}$. Pour une valeur $\Delta V = \Delta V$ optimum, l'inflexion est à tangente horizontale ($dt'/dt = 0$) ; le courant présente alors un pic très accentué. Pour $\Delta V > \Delta V$ optimum, le point d'inflexion n'est plus le seul point où $\frac{dt'}{dt}$ est minimum. Il existe alors deux points où $\frac{dt'}{dt}$ est égal à 0. L'impulsion de courant est alors composée d'un pic central et de deux pics latéraux.

Il faut donc choisir $\Delta V = \Delta V$ optimum pour obtenir le "groupement en paquets"(bunching) idéal. L'impulsion de courant est alors bien définie et la mesure d'autant plus précise. On peut relier ΔV optimum aux paramètres de l'expérience. En effet, on constate que pour avoir le "groupement en paquets" optimum il faut que $t \sim \tau$.



37

a) Diagramme t'(t) du faisceau modulé et forme du courant cible pour une impulsion positive (——) et une impulsion negative (— — —)

b) Impulsion de modulation

c) d) e) Forme de l'impulsion de courant cible pour ΔV inferieur à ΔV optimum (c), égale à ΔVop.(d), superieur (e)

$$\text{Or, } \delta t = \Delta t \cdot \frac{1}{2}\,\frac{\Delta V}{V} \qquad \delta t = \tau \Leftrightarrow \frac{\tau}{\Delta t} = \frac{1}{2}\,\frac{\Delta V}{V}$$

$$\frac{\tau}{\Delta t} = \frac{d}{D+D'} = \frac{1}{2}\,\frac{\Delta V}{V}$$

$$\text{D'où } \frac{\Delta V}{V} \text{ optimum} \sim 2 \cdot \frac{d}{D+D'}$$

Numériquement V = 1500 v, d = 5 mm, D+D' = 20 cm, ΔV optimum = 75 volts Ceci correspond à l'ordre de grandeur des tensions employées.

Dans le cas réel, le problème est compliqué par le fait que le faisceau étant accéléré à une valeur égale à HT + 250 par le passage en G2, même en l'absence d'impulsion de modulation, le faisceau subit un freinage, c'est-à-dire une modulation négative des vitesses. Ce qui explique que lorsque l'impulsion de modulation est positive, tout se passe comme si les particules subissaient une surmodulation négative de vitesse ; c'est pourquoi l'impulsion de tension nécessaire est plus élevée que celle que l'on calcule et que le creux de courant (*Fig.38*) avant le pic est plus large que ce que l'on attend. De même, si l'impulsion est négative, les particules subissent à la fois une sous-modulation négative de vitesse (les particules étant moins ralenties) équivalente à une modulation positive. Ceci explique que dans ce cas, l'effet obtenu tienne à la fois de l'accélération et du ralentissement relatif, c'est pourquoi le spectre obtenu est un pic de courant entre deux creux (*Fig.38*).

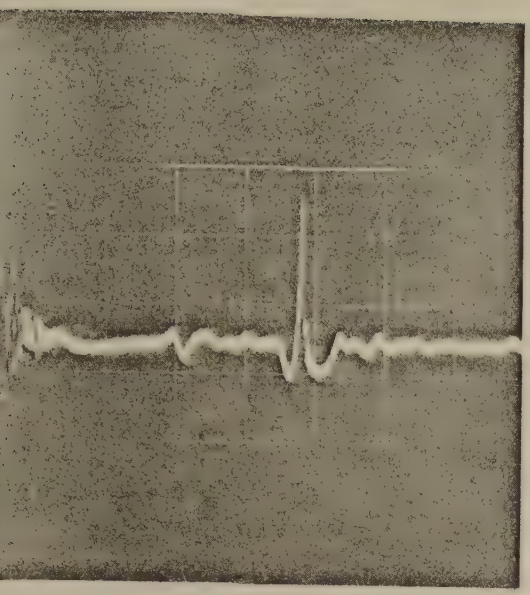
Résultats -

La forme du spectre obtenu dépend de la qualité du vide dans l'enceinte. On peut ainsi mettre en évidence deux régimes de fonctionnement.

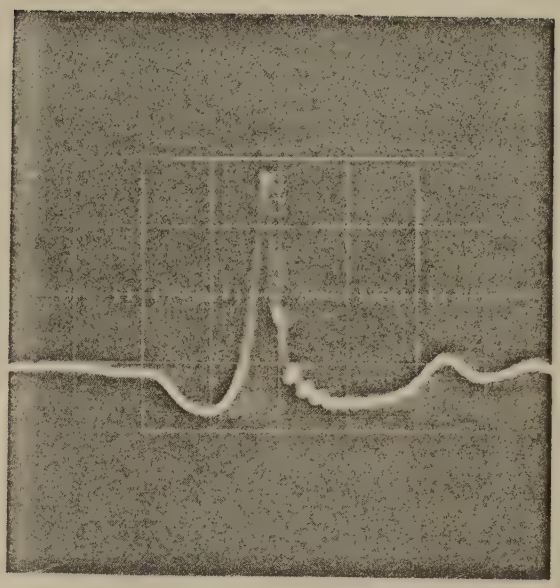
Fonctionnement transitoire -

Celui-ci correspond au fonctionnement du canon à ions depuis sa mise en fonctionnement jusqu'à un temps t_e d'équilibre. Pendant cette phase, le vide résiduel dans l'enceinte est le vide limite dû au pompage principal. Le pompage ionique créé par le faisceau contribue à l'amélioration de la qualité du vide résiduel ; celle-ci est donc croissante avec le temps. La phase transitoire est terminée quand l'équilibre est atteint.

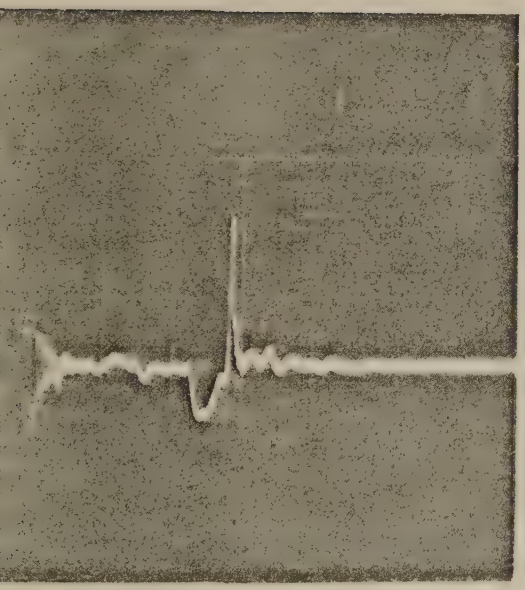
Le spectre correspondant comprend essentiellement trois pics, H_2O^+, N_2^+, Ar^+. La hauteur relative H_2O^+ et N_2^+ par rapport à Ar^+ est d'autant plus grande que le vide de départ est moins bon. Il est logique de trouver ces pics nous avons vu en effet que le vide résiduel dû au pompage principal comprend une proportion importante de H_2O et N_2.



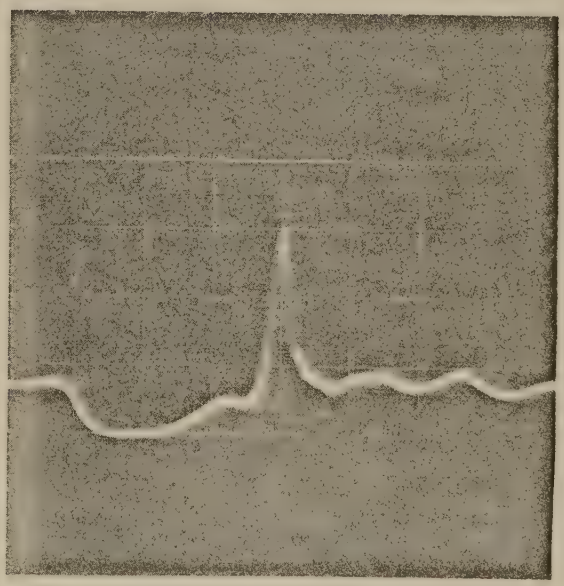
a)



b)



c)



d)

Fig. 38- Les deux types de spectres obtenus suivant le signe de l'impulsion.

a) Polarisation - b) Agrandissement du pic

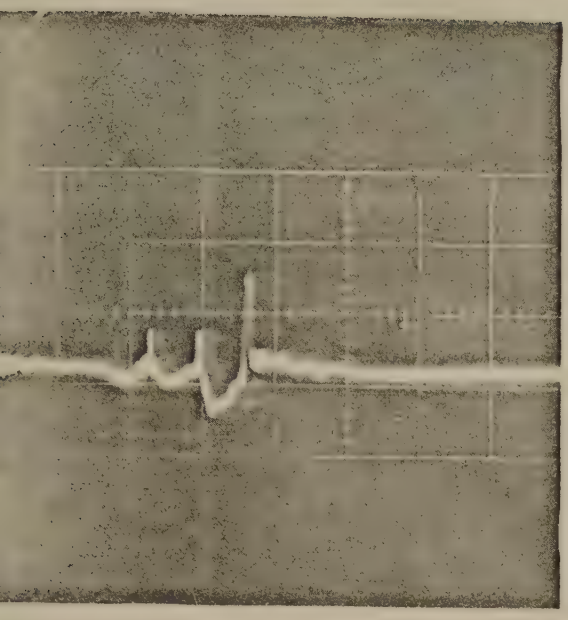
c) Polarisation + d) Agrandissement du pic

Si l'on s'intéresse à l'évolution dans le temps de la hauteur de ces pics, on constate (*Fig.39*) que la hauteur des pics H_2O^+ et N_2^+ décroît avec le temps pour arriver à une disparition totale (à l'échelle de notre mesure). Ceci est une deuxième façon de mettre en évidence l'effet du pompage ionique dû au faisceau. Les spectres représentés (*Fig.39*) ont été obtenus, le diaphragme étant recouvert d'aluminium et non de titane. Il est certain que le diaphragme de titane apporte des résultats bien meilleurs que ceux présentés. (On le constate sur la diminution de la pression dans l'enceinte après l'arrêt du canon à ions).

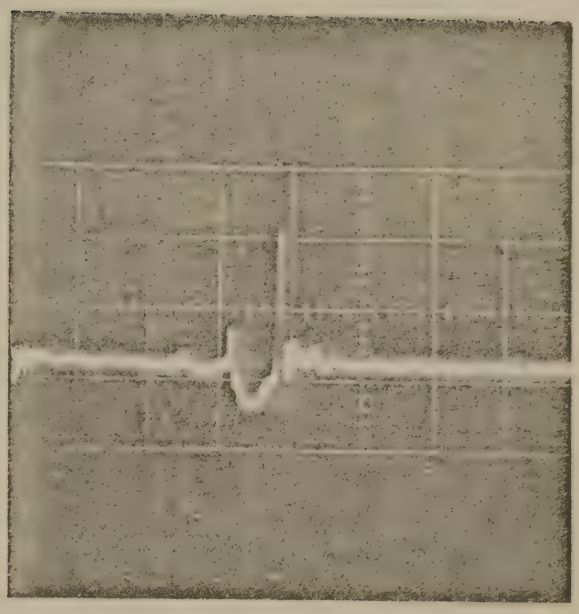
Régime établi -

Lorsque l'équilibre est atteint, les pressions partielles de gaz actifs dans l'enceinte sont très faibles. Le spectre se compose essentiellement d'un pic Ar^+, d'un pic (négatif) d'électrons secondaires issus du diaphragme et de pics d'amplitudes beaucoup plus faibles correspondant à des rapports $M/q > 40$.

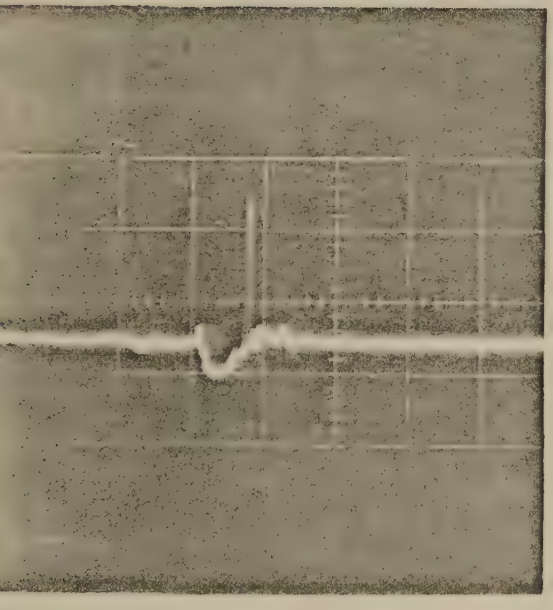
L'étalonnage en temps du spectre nécessite la connaissance de deux paramètres : l'instant O et la pente de conversion en $\mu s/cm$. La deuxième donnée est fournie avec précision par l'oscilloscope, mais ce n'est pas le cas de la première. Pour pallier à cet inconvénient et déterminer l'instant origine, on utilise le pic Ar^+ et le pic négatif d'électrons secondaires. Ces électrons secondaires sont produits sur le diaphragme par le courant ionique ; l'impulsion de courant ionique étant peu neutralisée par les électrons piégés, elle produit un puits de potentiel profond ; au passage à l'intérieur du diaphragme, l'impulsion de courant ionique a pour effet d'augmenter brusquement le potentiel ; des électrons piégés dans le puits de potentiel du faisceau pourront franchir le diaphragme et atteindre la cible. Le temps de transit de ces électrons étant très faible (ils sont environ 200 fois plus rapidesque les ions Ar^+), l'instant d'arrivée de ces électrons sur la cible est identique au passage dans le diaphragme. Connaissant les valeurs de D et D', il est facile de déterminer l'origine des temps. De plus, la possibilité de faire varier indépendamment D et D+D', donc D et D', permet de déplacer sur le spectre la position des divers pics et leur position relative par rapport au pic électronique de façon à vérifier qu'il ne s'agit pas d'impulsions parasites. L'exploitation du spectre (*Fig.40*) est donc possible puisque l'on connaît l'échelle des temps et la courbe $t = k \cdot \sqrt{M/q}$.



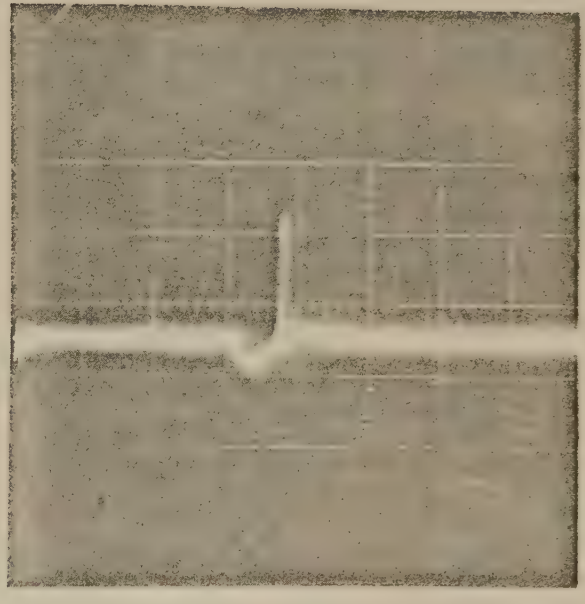
a)



b)



c)



d)

Fig. 39 - Evolution des amplitudes relatives des raies A^+, N_2^+, H_2O^+ en fonction du temps.

a) t = 2 mn b) t = 6 mn c) t = 12 mn d) t = 20 mn

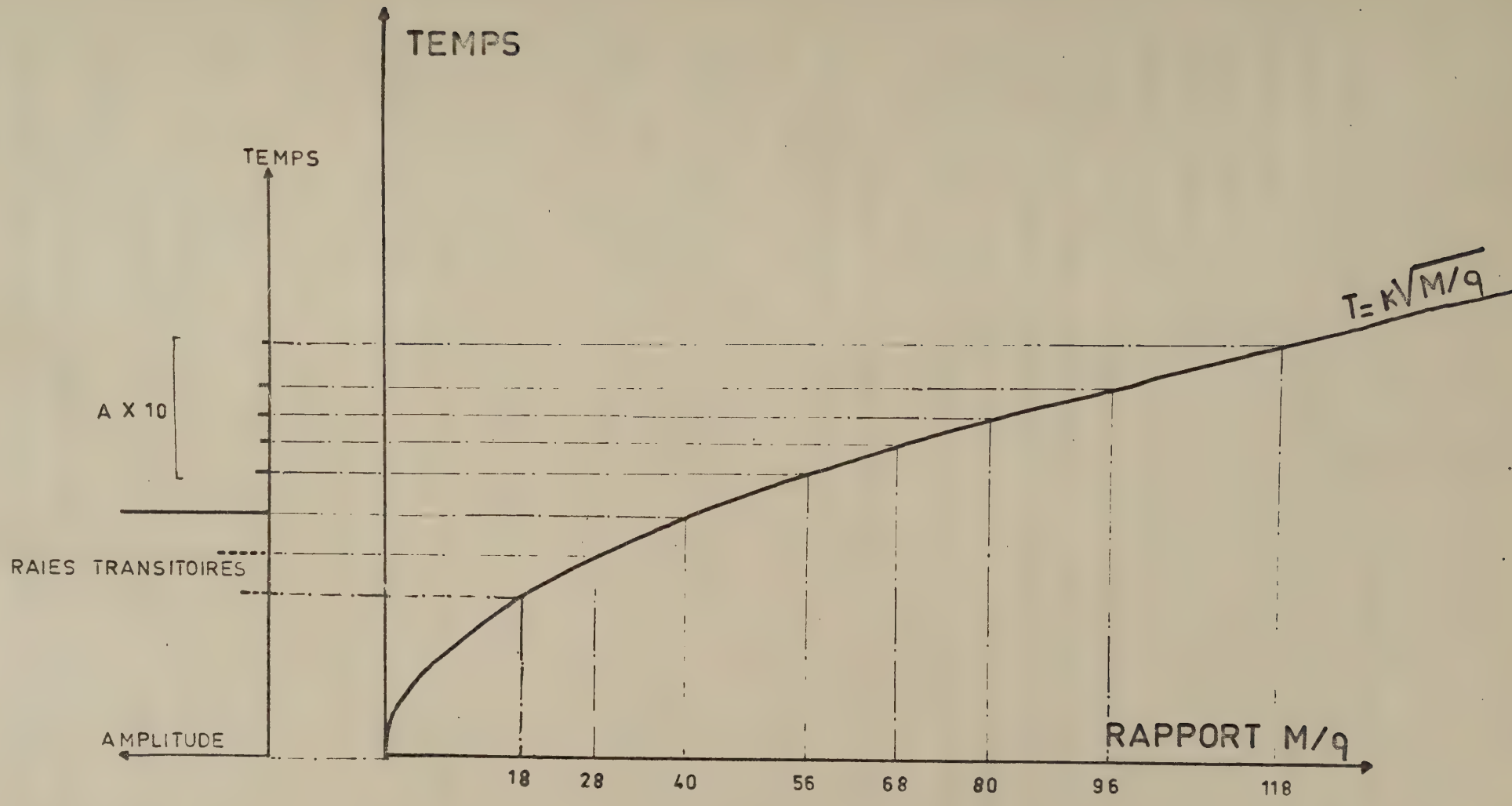


FIG. 40 ANALYSE DU FAISCEAU - EXPLOITATION DU SPECTRE

Le spectre se compose d'un pic important au rapport M/q = 40 et de pics correspondants aux rapports 56, 68, 80, 96 et 118. L'observation de ces pics dépend des conditions de l'expérience ; de plus, la très faible amplitude de ces pics ne permet pas de déterminer avec précision la valeur exacte de M/q. On est conduit à attribuer ces divers pics à des molécules d'origine organique (68, 80, 118) dont l'origine peut être le joint caoutchouc situé sur la source et permettant le démontage pour l'accès au filament. Celui-ci, étant soumis à une température relativement élevée (<100°C), est susceptible de fournir une atmosphère résiduelle dans la source, riche en composés organiques. Les rapports M/q = 56 et 68 peuvent être affectés à des ions métalliques ; en effet, ceux-ci correspondent au fer et au molybdène une fois ionisés ; la source est constituée essentiellement de ces deux métaux.

L'ensemble de ces pics ne représente pas une contribution supérieure à 3% par rapport au pic d'argon.

V.2.3.5. Mesure du courant du sous-faisceau -

La mesure et l'intégration du courant du sous-faisceau sélectionné pour l'abrasion sont effectuées par un intégrateur analogique à plusieurs sensibilités. Cet appareil donne une valeur Q' égale à :

$$\int_0^t i_{cible}\, dt$$

Le problème est de relier Q' à la valeur Q du courant d'ions ayant bombardé la cible

$$Q = \int_0^t i_{ion}\, dt$$

Or, $i_{cible} = i_{ion} + i_{électronique}$.

Le courant $i_{électronique}$ peut avoir deux origines :

- un courant de même signe que i_{ion} dû à l'émission secondaire de la cible,

- un courant de signe contraire à i_{ion} dû à l'arrivée sur la cible d'électrons piégés dans le faisceau ou d'électrons produits sur un autre diaphragme.

Le potentiel cible détermine les valeurs relatives des courants électroniques et ioniques. La caractéristique i(V) est schématisée (*Fig.41*). Lorsque l'on polarise négativement la cible, pour les grandes valeurs de V :

$$i_{cible} = i_{ionique} + i_{électronique\ secondaire}$$

Pour une très forte polarisation positive :

$$i_{cible} = i_{ionique} - i_{électrons\ piégés}$$

Le courant d'électrons piégés peut être très grand (très supérieur en valeur absolue au courant ionique). Il existe donc une polarisation positive telle que :

$$i_{ionique} = i_{électrons\ piégés}$$

soit :

$$i_{cible} = 0$$

Cette tension (de l'ordre de 30 v) est la tension à laquelle se charge un isolant bombardé par le faisceau. Cette tension étant relativement faible, on constate donc que l'abrasion des isolants n'est pas un problème majeur.

La partie négative de la caractéristique est sensiblement rectiligne de 0 à -200 v. La lente augmentation du courant cible est due à l'augmentation du courant ionique extrait à travers le diaphragme et recueilli par la cible. Les électrons secondaires produits sur la cible donnent lieu à un courant de même sens que le courant ionique. Or, les coefficients d'émission secondaire due à l'argon sont pour la plupart des métaux inférieurs à 0,1 à 1 keV. Ceci entraîne que la mesure du courant ionique est entachée d'une faible erreur systématique et toujours de même sens. En fait,

$$i_{ionique} \leqslant i_{cible} \quad \text{pour } V \leqslant 0$$

La polarisation cible doit donc être choisie négative ou nulle. Le fonctionnement sans polarisation convient bien lorsque la cible réceptrice est un bon conducteur, sinon la mauvaise conductivité de l'échantillon entraînerait une charge moyenne positive de la cible ; le courant mesuré serait alors la différence du courant d'ions et du courant électronique collecté. La mesure ainsi réalisée n'aurait pas de signification. Pour l'abrasion d'un échantillon de résistivité non négligeable nous choisissons une polarisation de -40 v.

Le choix d'une polarisation de -40 v est bien adapté lors de l'abrasion d'un isolant. En effet, nous avons vu qu'en l'absence de polarisation, le potentiel superficiel de l'isolant atteindrait une trentaine de volts de façon à ce que le courant total reçu soit nul. Or, nous voulons connaître le courant ayant bombardé l'isolant. Pour cela, nous utilisons le montage suivant (*Fig.42*).

Un diaphragme métallique au potentiel du porte-cible, d'ouverture s, est situé sur la surface supérieure de l'échantillon isolant. Un faisceau de diamètre S >> s bombarde à la fois le diaphragme et l'échantillon.

A l'équilibre, le potentiel de la partie découverte de l'isolant s'ajuste de telle sorte que le courant d'ions reçu par l'isolant, i^+ soit égal à la somme du courant de conduction (très faible) i_c, du courant dû aux microclaquages superficiels i_{cl} et du courant électronique reçu sur la surface s : i_s.

$$i^+ = i_c + i_{cl} + i_s$$

Le courant i_s provient des électrons piégés (si la polarisation est positive) et des électrons secondaires du diaphragme dont le potentiel est plus faible que celui de l'isolant. Il est nécessaire de favoriser le courant d'électrons secondaires par rapport à celui d'électrons piégés dans le faisceau de façon à ne pas perturber la mesure ; pour cela, on polarise négativement le diaphragme. On peut ainsi abraser l'isolant sur toute la surface s et mesurer le flux d'ions ayant bombardé la cible.

V.2.4. Remarques -

a)- Remarque sur la relation entre l'homogénéité de faisceau et la configuration source -

Nous avons vu que la géométrie du faisceau dépend essentiellement de la configuration source. De plus, le système d'extraction du faisceau fonctionnant en régime limité par la densité insuffisante de plasma, on peut dire que les courbes f(r) tracées donnent une image de la répartition radiale de la densité de plasma à l'intérieur de la source. Le plasma est donc plus homogène dans la source avec la configuration c.

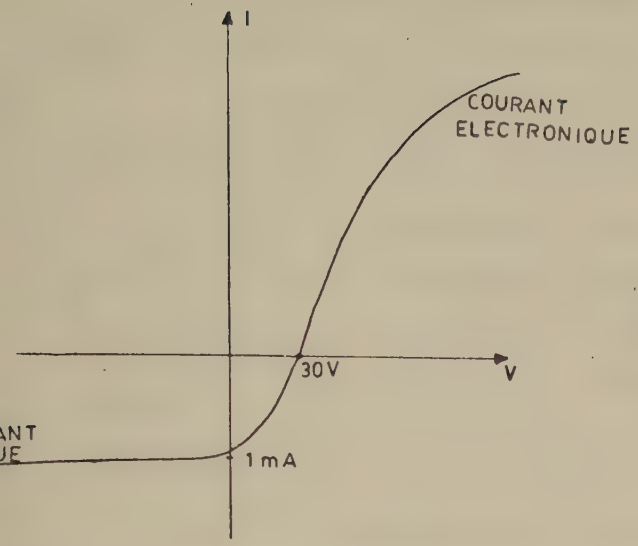


FIG. 41 COURANT RECUEILLI SUR LA CIBLE EN FONCTION DE SA POLARISATION

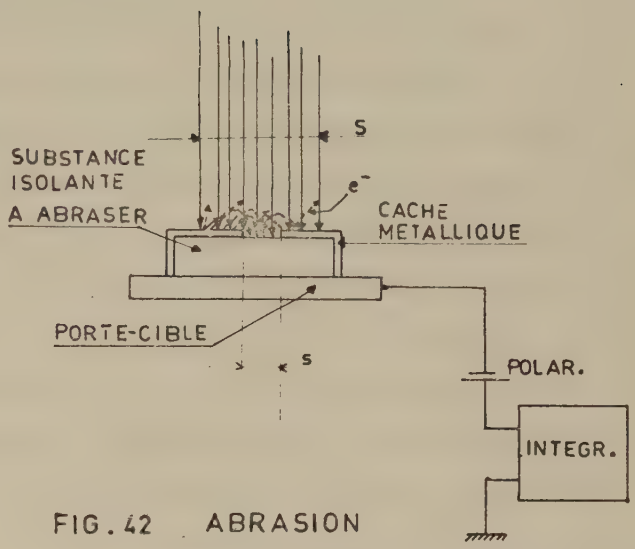


FIG. 42 ABRASION D'UNE SUBSTANCE ISOLANTE

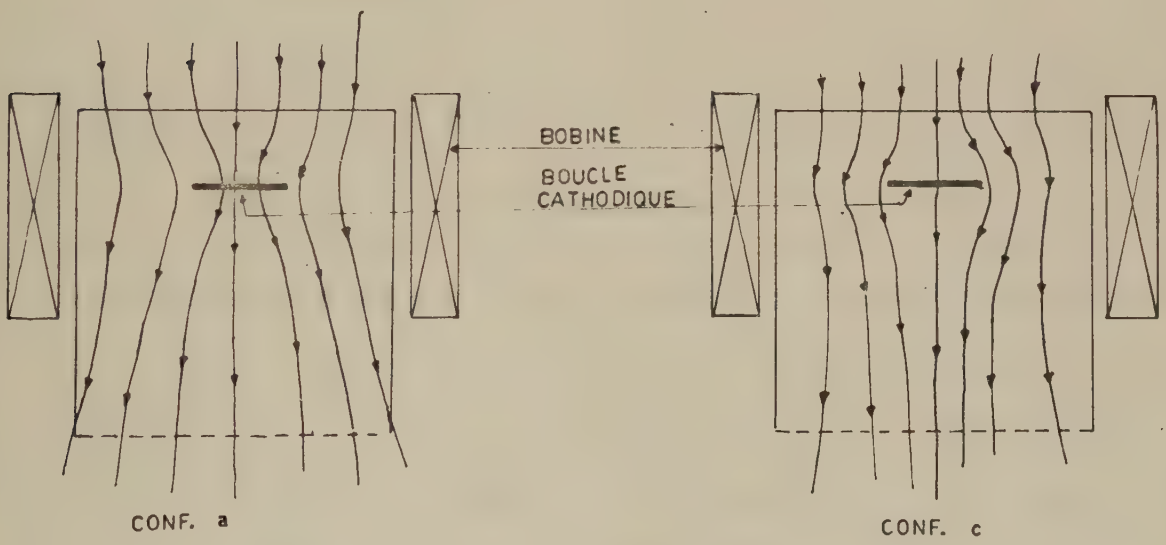


FIG. 43 GEOMETRIE DES LIGNES DE CHAMP MAGNETIQUE DANS LA SOURCE POUR LES CONFIGURATIONS : a ET c

Revenons sur la géométrie des champs magnétiques dans la source. La composition vectorielle des champs magnétiques de bobine et de cathode donne deux géométries différentes dans les cas a et c (*Fig.43*).

La configuration c fait apparaître une géométrie du type "bouteille magnétique" alors que la configuration a ne la présente pas.

L'effet de confinement d'un plasma par un champ magnétique de géométrie bouteille magnétique est bien connu. Ceci explique que dans le montage c, en l'absence d'extraction, le plasma soit confiné dans la région du filament, la diffusion vers les parois étant faible. La configuration a présente le caractère inverse; de plus, il existe une région à champ magnétique nul, ce qui accentue l'inhomogénéité du plasma.

Avec l'extraction d'un faisceau, les ions diffusent vers les grilles; la densité d'ions est maximum et homogène dans le cas bouteille magnétique alors que dans le cas a l'inhomogénéité de champ et son domaine à valeur nulle introduisent des variations brusques de densité en fonction de r.

b)- Instabilités -

L'observation oscilloscopique du courant de faisceau montre qu'une composante alternative est superposée à la valeur moyenne ; cette composante n'est pas une ondulation sinusoïdale, mais ne peut être assimilée à un bruit. De plus, sa hauteur relative varie suivant les conditions de l'expérience. Pour des conditions stables de fonctionnement du canon à ions, un fréquencemètre attaqué par ce signal donne une indication constante à 10%.

Divers auteurs signalent l'existence d'oscillations de faisceaux et généralement attribuent l'existence de ces oscillations à la présence de champ magnétique dans la source. On emploie alors le terme de hasch pour recouvrir l'ensemble des phénomènes correspondants. On peut remarquer que le hasch peut recouvrir des oscillations dues à des alimentations impropre-ment stabilisées, à une résistance négative de l'arc. Nous avons vérifié que ces oscillations ne sont pas d'origine extérieure au plasma ; elles ne sont pas dues à une résistance négative qui n'aurait pas été mise en évidence; en effet, l'oscillation n'est pas perturbée si l'on alimente l'anode à travers une self de forte valeur.

L'utilisation d'une sonde de LANGMUIR constituée essentiellement d'un fil de molybdène (Ø = 3/10 mm) découvert sur une longueur de 1 cm et protégé sur le reste de sa longueur par un tube d'alumine (Ø = 2 mm) nous a permis de constater l'existence au sein du plasma de ces oscillations. En effet, le potentiel flottant de la sonde comporte une composante oscillatoire de basse fréquence (entre 5 et 50 kHz) dont l'amplitude et la fréquence dépendent des paramètres sources et en particulier du champ magnétique B_o.

c)- Dispersion énergétique du faisceau extrait -

L'origine de cette dispersion peut être :

- les instabilités de la tension d'accélération,
- la non homogénéité du potentiel plasma,
- les pertes d'énergie par chocs dans l'espace de glissement.

Les instabilités de la tension d'accélération sont dues essentiellement :

. au filtrage imparfait du courant,

. aux fluctuations de la tension d'alimentation.

On peut estimer que $\frac{\Delta HT}{HT} \geqslant 4°/_{oo}$.

Les pertes d'énergie par chocs sont essentiellement dues aux collisions :

$$Ar^+ + Ar \rightarrow Ar^+ + Ar^+ + e^-$$

$$\underset{\text{rapide}}{Ar^+} + \underset{\text{lent}}{Ar} \rightarrow \underset{\text{rapide}}{Ar} + \underset{\text{lent}}{Ar^+}$$

et à la diffusion élastique des ions sur les atomes de gaz.

La première réaction a lieu avec un transfert d'énergie au moins égal au potentiel d'ionisation (15 volts). La deuxième réaction est une réaction d'échange, le transfert d'énergie est faible. Les sections efficaces sont telles que les libres parcours moyens sont grands devant la distance de transport du faisceau. La probabilité de ces réactions est donc faible et la dispersion en énergie qui en résulte l'est aussi.

Un ion ne subissant aucune collision arrive sur la cible avec l'énergie : e(Vp + HT). Vp potentiel plasma est voisin de la tension d'anode, soit 50 v. Une variation spatiale de Vp : ΔVp entraîne une dispersion énergétique sur le faisceau ΔV = ΔVp. L'utilisation simultanée de deux sondes de LANGMUIR nous a permis de constater que les potentiels flottants de ces deux sondes sont très voisins ; en tout état de cause la différence mesurée n'excède jamais

10 v entre un point situé sur l'axe de la source et un point situé aux 2/3 du rayon. Comme on peut admettre que le plasma est isotherme sur cette distance (on se trouve loin des parois de l'anode et de la cathode), les variations de potentiel plasma sont égales aux variations de potentiel flottant.

En résumé, la dispersion énergétique du faisceau, quoique n'ayant pas été mesurée directement, peut être considérée comme étant faible.

V.2.5. Conclusion sur l'étude du canon à ions -

L'étude ainsi réalisée nous a permis de mettre en évidence le mécanisme de fonctionnement de la source, d'étudier l'extraction et le transport du faisceau. Elle nous a permis aussi de déterminer les paramètres de fonctionnement optimums :

- configuration c,
- valeur du champ magnétique (30 gauss),
- tension d'anode 50 v,
- puissance de chauffage (9 V, 20 A),
- pression 10^{-4} torr,
- accélération 1 kV.

Le choix de ces paramètres fournit :

- une bonne stabilité de fonctionnement,
- un faisceau homogène,
- une faible dispersion énergétique,
- un seul type d'ion,
- des instabilités de plasma (hasch) relativement faibles,
- une bonne reproductibilité et une grande stabilité dans le temps.

De plus, la puissance de chauffage cathodique choisie correspond à une durée de vie moyenne du filament de l'ordre de 100 heures (avec de nombreux arrêts du fonctionnement et remises en fonctionnement), ce qui peut-être considéré comme un résultat acceptable.

CHAPITRE VI

EXPLOITATION du SYSTEME METHODE EXPERIMENTALE RESULTATS

L'ensemble ainsi mis au point nous a permis d'apporter une contribution à l'étude de divers phénomènes physiques dont nous exposerons les premiers résultats. Avant de procéder à cet exposé et après avoir étudié l'appareillage qui a permis ces études, développons la méthode d'exploitation.

VI.1. METHODE -

VI.1.1. Les deux méthodes envisageables -

La combinaison d'un système d'analyse tel que l'analyse nucléaire et d'un système abraseur tel que le canon ionique offre deux possibilités quant à la détermination d'un profil de concentration C(x).

a)- Tracé de profil par analyse du dépôt collecté (*Fig.44*) -

La méthode consiste à analyser la matière issue du substrat, déposée par pulvérisation sur un collecteur.

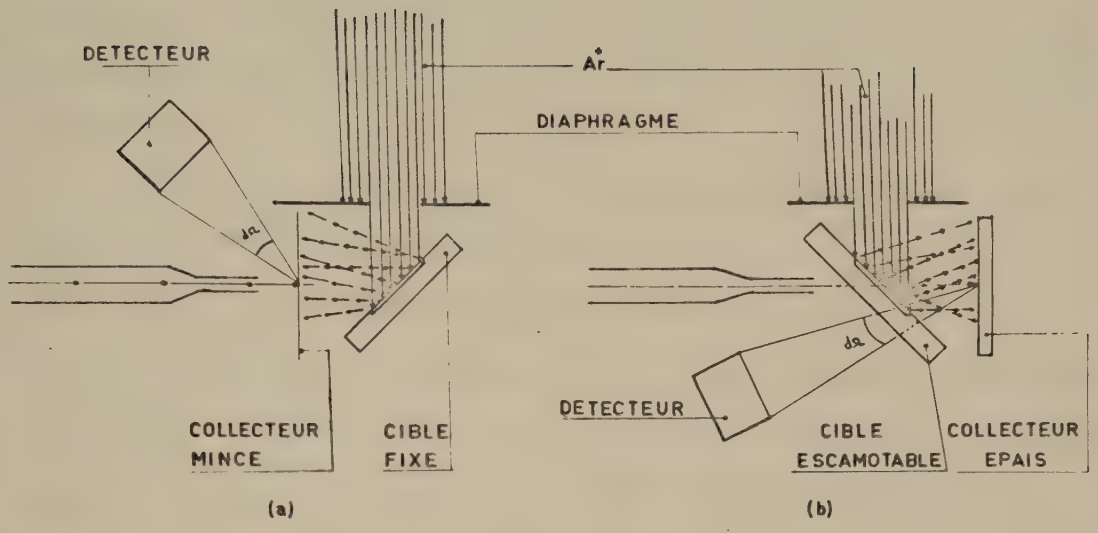
Le changement continu de surface collectrice permet d'avoir une épaisseur déposée proportionnelle à la vitesse d'abrasion. L'analyse de ce dépôt fournit donc une indication proportionnelle à la concentration de la couche enlevée C(x) et proportionnelle à dx/dt. Soit :

$$N(t) = K\frac{dx}{dt} \cdot C(x)$$

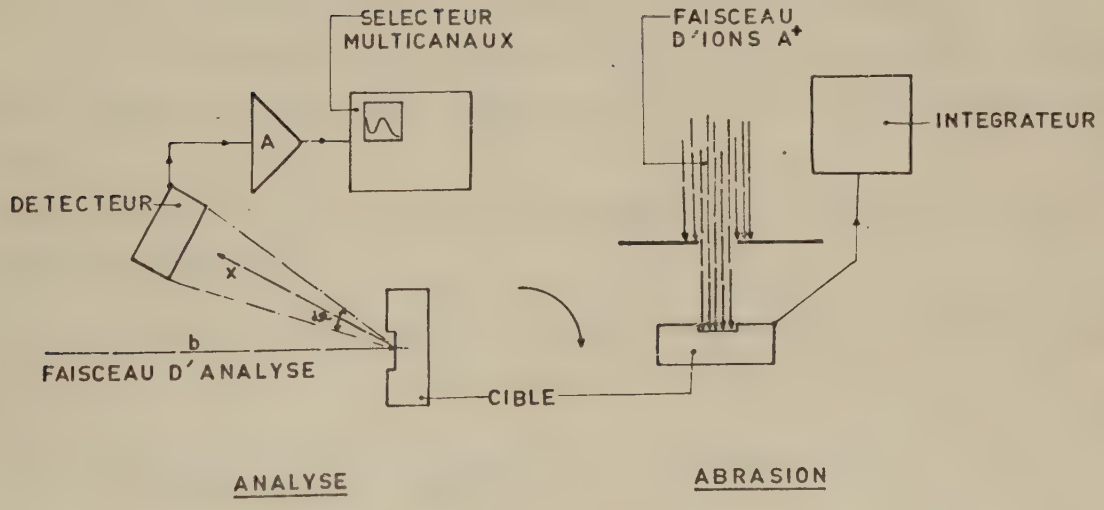
Le choix de $\frac{dx}{dt}$ dépend des paramètres de l'abraseur ; si $\frac{dx}{dt}$ = cte

$$N(t) = K' \cdot C(x)$$

L'avantage de cette méthode est qu'elle est susceptible de fournir un résultat direct.



G. 44 TRACE DE PROFIL PAR ANALYSE DU DEPOT COLLECTE



IG .45 PHASES DE L'ANALYSE PAR REACTIONS NUCLEAIRES ET ABRASION IONIQUE

Inconvénients : La couche déposée sur le collecteur présente une épaisseur beaucoup plus faible que la couche du substrat dont elle est originaire. Le rapport entre ces deux épaisseurs est de l'ordre $\frac{d\Omega}{2\pi}$; $d\Omega$ étant l'angle solide sous lequel on voit la partie abrasée depuis le collecteur.

La sensibilité effective de la méthode d'analyse est donc $\frac{2\pi}{d\Omega}$ fois plus faible que la sensibilité théorique.

Le seuil effectif est $\frac{2\pi}{d\Omega}$ plus élevé.

D'autre part, la méthode requiert une incidence d'attaque oblique du faisceau ionique, ce qui, dans le cas de monocristaux, ne permet pas d'obtenir des abrasions reproductibles (celle-ci dépend en effet de l'orientation par rapport aux axes cristallins). De plus, l'incidence oblique est mal adaptée à notre ensemble à cause de la divergence que subirait le faisceau, la distance de transport étant nécessairement élevée.

Pour ces raisons, nous n'avons pas développé cette méthode, mais la deuxième méthode plus simple.

b)- Tracé de profil par analyse du substrat abrasé -

La méthode consiste à analyser le substrat après avoir enlevé une, deux, trois, ... n, couches d'épaisseurs identiques ou variables mais connues.

La méthode consiste en l'alternance de deux phases : analyse et abrasion (*Fig.45*).

Pour cette raison, nous l'appellerons méthode abrasion-comptage.

VI.1.2. Méthode abrasion-comptage -

a) l'Information fournie par l'analyse nucléaire -

Soit un substrat contenant une impureté dont la répartition en profondeur est C(x). Utilisons un faisceau de particules d'énergie E_o ; ces particules induisent dans le substrat des réactions nucléaires avec les noyaux de l'impureté ; la section efficace de la réaction est :

$$\frac{d\sigma}{d\Omega}(E)$$

L'information sur le nombre de noyaux d'impuretés est fournie par le nombre de particules secondaires issues des réactions nucléaires et détectées dans le détecteur d'angle solide $\Delta\Omega$, produites par N_i particules incidentes d'énergie initiale E_o.

$$N = N_i \cdot \int_{\Delta\Omega} d\Omega \cdot \int_x dx \cdot \int_{E=0}^{E_o} dE \cdot f(E,x) \frac{d\sigma}{d\Omega}(E)\, C(x)$$

Dans cette relation f(E,x) est la répartition énergétique des particules à la profondeur x, soit le nombre de particules qui, à cette profondeur, ont une énergie comprise entre E et E + dE.

Des simplifications peuvent être apportées :

- l'angle solide de détection est faible,
- on néglige les effets de straggling, soit : $f(E,x) = \delta(E-Ex)$.

Ex est l'énergie à la profondeur x.

Alors :

$$N = N_i \cdot \Delta\Omega \int dx \int dE \cdot \delta(E-Ex) \frac{d\sigma}{d\Omega}(E)\; C(x)$$

$$N = N_i \cdot \Delta\Omega \int C(x) \; \frac{d\sigma}{d\Omega}(Ex) \; dx$$

avec $Ex = E_o - \int_o^x \left(\frac{dE}{dx}\right) dx$

$\frac{d\sigma}{d\Omega}(Ex)$ est une fonction de x. On la connaît si l'on connaît la courbe de section efficace $\frac{d\sigma}{d\Omega}(E)$ et si l'on connaît la courbe de perte d'énergie dans le matériau, donc E(x) ; $\frac{d\sigma}{d\Omega}(Ex)$ est une courbe donnée. Posons $\frac{d\sigma}{d\Omega}(Ex) = \sigma_e(x)$ pour rappeler que cette fonction est la section efficace effective à la profondeur x.

D'où $N = N_i \cdot \Delta\Omega \int_x C(x) \cdot \sigma_e(x) \; dx.$

Dans le cas général, l'efficacité de détection est égale à l'unité. C'est-à-dire que toutes les N particules sont détectées. L'information obtenue N fournit donc une quantité proportionnelle à $\int C(x) \cdot \sigma_e(x)\, dx$.

Dans la mesure où la perte d'énergie dans le milieu est faible, on a :

$$\sigma_e(x) \neq cte$$

d'où $$N = N_i . \sigma . \Delta\Omega \int C(x)\, dx$$

Dans ce cas, l'information est proportionnelle à l'intégrale de C(x), c'est-à-dire que la mesure permet d'atteindre le nombre total d'atomes d'impuretés contenus dans la couche.

b)- L'information fournie par l'analyse nucléaire et l'abrasion

L'abrasion superficielle du substrat jusqu'à la profondeur x_a et l'analyse du substrat ainsi aminci donnent deux paramètres :

x_a : profondeur totale abrasée,

$N(x_a)$: nombre de particules détectées pour le substrat ainsi aminci.

x_a est fonction du flux ϕ_a d'ions argon ayant bombardé la cible.

$$N(x_a) = N_i . \Delta\Omega \int_{x=x_a}^{\infty} C(x) . \sigma_e(x-x_a)\, dx$$

Les informations expérimentales se présentent sous la forme d'une suite de n doublets :

$$\begin{cases} Q_a = 0, Q_1, Q_2, \ldots Q_n \\ N(x_a) : N(0), N(x_1), N(x_2), \ldots N(x_n) \end{cases}$$

$$X_j = \sum_{i=0}^{j} p(Q_i) \quad ; \; Q_i \text{ étant le flux partiel entre deux analyses.}$$

L'abrasion étant un phénomène linéaire (proportionnalité de l'abrasion et du flux reçu) :

$$p(Q_a) = k . Q_a$$

D'où $$X_j = k . \sum_{i=0}^{j} Q_i$$

Nous avons transformé la suite de doublets expérimentaux en une autre suite de doublets.

$$\begin{cases} x_a = 0,\ x_1,\ x_2 \ldots\ldots\ x_n \\ N(0),\ N(x_1),\ N(x_2) \ldots\ldots\ N(x_n) \end{cases}$$

A ce stade, le problème est de déterminer C(x) connaissant la suite des 2n valeurs précédentes.

Ces valeurs forment une distribution de points qui se situent sur et au voisinage de la courbe.

$$N(x_a) = N_i \cdot \Delta\Omega \int_{x=x_a}^{\infty} C(x) \cdot \sigma_e\,(x-x_a)\,dx$$

x_a variable continue.

$N(x_a)$ est donc le résultat d'une combinaison mathématique de la courbe cherchée C(x) avec une fonction connue $\sigma_e(x)$.

Le problème physique cède le pas au problème mathématique.

c)- Exploitation mathématique -

Nous employons la variable x pour indiquer la profondeur courante dans le substrat ; les notations x_a, x_j correspondent à des profondeurs d'abrasion.

$$N(x_a) - N(x_b) = N_i \cdot \Delta\Omega \int_{x_a}^{x_b} \sigma_e(x-x_a)\ C(x)\ dx$$

$$+ N_i \cdot \Delta\Omega \int_{x_b}^{\infty} C(x)\ \left[\sigma_e(x-x_a) - \sigma_e(x-x_b)\right] dx$$

Faisons tendre x_b vers x_a, le passage à la limite donne :

$$-\frac{dN(x_a)}{dx_a} = N_i \cdot \Delta\Omega \left[\sigma_e(0) \cdot C(x_a) - \int_{x_a}^{\infty} \frac{d\sigma_e(x-x_a)}{d(x-x_a)}\ C(x)\ dx\right]$$

$\sigma_e(0)$ est la section efficace de la réaction dans la couche de surface.

Cette formule montre que dans le cas où la section efficace de la réaction est constante, soit $\sigma_e(x) = \sigma_e(0) = \sigma_{e_o}$ alors

$$C(x) = \frac{-1}{N_i \cdot \Delta\Omega \cdot \sigma_{eo}} \frac{dN(x)}{dx}$$

Le profil de concentration est la dérivée de la courbe expérimentale.

Souvent, cette approximation peut être utilisée ; mais étudions ce qui se passe lorsque σ_e subit une légère variation sur la profondeur du profil. Supposons cette variation linéaire

$$\sigma(x) = \sigma_{eo} \left(1 - \frac{x}{x_o}\right)$$

Posons :

$$S = \int_o^\infty C(x)\, dx \; ; \quad S = \text{nombre total d'atomes d'impuretés.}$$

On montre que :

$$C(x) = \frac{-1}{N_i \cdot \Delta\Omega \cdot \sigma_{eo}} \frac{dN}{dx} + \frac{1}{N_i \cdot \sigma_{eo} \cdot \Delta\Omega \cdot x_o} \frac{dN}{dx} * e^{x/x_o} - S.e^{x/x_o}$$

$*$ correspond au produit de convolution.

Cette relation est équivalente à :

$$\frac{dN(x)}{dx} = -N_i \cdot \Delta\Omega \cdot \sigma_{eo} \left(C(x) - \frac{1}{x_o} \int_x^\infty C(x)\, dx\right)$$

soit $$C(x) = -\frac{1}{N_i \cdot \Delta\Omega \cdot \sigma_{eo}} \frac{dN(x)}{dx} + \frac{1}{x_o} \int_x^\infty C(x)\, dx$$

Si l'on considère le terme $\frac{1}{x_o} \int_x^\infty C(x)\, dx$ comme terme de perturbation dans la relation entre $C(x)$ et $N(x)$ on constate que la perturbation est maximum pour $x = 0$ et minimum pour $x = x_{max.}$. $x_{max.}$ étant la profondeur du profil, c'est-à-dire que pour $x > x_{max.}$ $C(x) = 0$.

En résumé, l'obtention de la courbe C(x) par dérivation de la courbe expérimentale N(x) est possible pour des valeurs de x_o suffisamment grandes. Il est nécessaire que $\frac{x_o}{x_{max.}} >> 1$.

Remarques -

- Le terme perturbatif peut s'exprimer par : concentration équivalente à l'ensemble des atomes non encore abrasés, répartis sur la profondeur x_o.

- Pour une section efficace constante, soit pour x_o très grand la formule précédente donne bien la proportionnalité entre C(x) et $\frac{dN}{dx}$.

L'obtention de C(x) à partir de la courbe N(x) suppose que cette dernière est une courbe continue obtenue par lissage de la distribution expérimentale N(x) ; ce lissage tenant compte des barres d'erreurs d'origine statistique sur les mesures.

-Déterminons pour quel type de profil le terme perturbatif introduit une erreur relative constante.

$$C(x) \text{ est tel que } \frac{1}{x_o}\int_x^{\infty} C(x)\,dx / C(x) = \text{cte.}$$

soit $$C(x) = C_o e^{-\frac{x}{x_1}}$$

d'où $$C(x) = \frac{-1}{N_i \cdot \Delta\Omega \cdot \sigma_{eo}} \left(\frac{dN}{dx} + \frac{x_1}{x_o} C(x)\right)$$

$$C(x) = -\frac{1}{\left(1 - \frac{x_1}{x_o}\right) N_i \cdot \Delta\Omega \cdot \sigma_{eo}} \cdot \frac{dN}{dx}$$

On retrouve une proportionnalité entre C(x) et $\frac{dN}{dx}$.

- La loi $\sigma_e(x)$ peut se présenter sous la forme d'une exponentielle décroissante.

$$\sigma_e(x) = \sigma_o . e^{-\frac{x}{x_o}}$$

$$N(x) = N_i \cdot \Delta\Omega \int_x^{\infty} \sigma(X-x).\, C(X)\, dX$$

$$\sigma_e(X-x) = \sigma_o e^{-\frac{(X-x)}{x_o}}$$

d'où $$\frac{N(x)\ e^{-x/x_o}}{N_i \cdot \Delta\Omega} = \int_x^\infty \sigma_o e^{-X/x_o}\ C(X)\ dX$$

D'où par dérivation $$C(x) = -\frac{1}{\sigma_o \cdot N_i \cdot \Delta\Omega}\left(\frac{dN}{dx} + \frac{N(x)}{x_o}\right)$$

Si de plus la courbe expérimentale N(x) se présente sous la forme exponentielle (droite sur le papier semi-logarithmique) alors $N(x) = N_o e^{-\frac{x}{x_1}}$.

D'où $$C(x) = -\frac{1}{\sigma_o \cdot N_i \cdot \Delta\Omega}\ \frac{x_1 - x_o}{x_1 \cdot x_o}\ N(x)$$

Il y a proportionnalité entre C(x) et N(x). Nous verrons l'intérêt de cette remarque dans le cas d'un tracé réel de profil.

- Une méthode mettant en jeu directement les résultats expérimentaux peut être appliquée. Il suffit de transformer la relation

$$N(x_a) = N_i \cdot \Delta\Omega \int_{x_a}^\infty \sigma_e\ (x-x_a)\ C(x)\ dx$$

en relation faisant intervenir une sommation discrète correspondant aux n valeurs expérimentales

$$N(x_j) = N_i \cdot \Delta\Omega \cdot \sum_{k=j}^{n} C(x_k)\ \sigma_e(x_k - x_j) \cdot (x_{k+1} - x_k)$$

Cette relation est valable pour j = 0, ... n-1.

Un problème se pose pour $N(x_n)$; x_n étant la dernière mesure.

Supposons que le profil de concentration est terminé à cette profondeur ou que la concentration de fond est atteinte.

Alors :

$$\frac{N(x_n)}{N_i \cdot \Delta\Omega} = \int_{x_n}^\infty C(x) \cdot \sigma_e(x-x_n)\,dx = C(x_n) \cdot \int_o^\infty \sigma_e(x)\ dx$$

La distribution C(x) peut être alors atteinte en résolvant le système.

$$\frac{N(x_n)}{N_i.\Delta\Omega} = C(x_n) \cdot \int_0^{\infty} \sigma_e(x)\, dx$$

$$\frac{N(x_{n-1})}{N_i.\Delta\Omega} = C(x_{n-1}) \cdot \sigma_e(o) \cdot (x_n - x_{n-1}) + C(x_n) \cdot \int_{x_n - x_{n-1}}^{\infty} \sigma_e(x)\, dx$$

$$\frac{N(x_{n-2})}{N_i.\Delta\Omega} = C(x_{n-2}) \cdot \sigma_e(o) \cdot (x_{n-1} - x_{n-2}) + C(x_{n-1}) \cdot \sigma_e(x_{n-1} - x_{n-2}) \cdot (x_n - x_{n-1})$$

$$+ C(x_n) \int_{x_n - x_{n-2}}^{\infty} \sigma_e(x)\, dx$$

$$\frac{N(x_o = o)}{N_i.\Delta\Omega} = C(o) \cdot \sigma_e(o) \cdot x_1 + C(x_1) \cdot \sigma_e(x_1) \cdot (x_2 - x_1) + C(x_2)\, \sigma_e(x_2) \cdot (x_3 - x_2)$$

$$+ C(x_{n-1}) \cdot \sigma_e(x_{n-1}) \cdot (x_n - x_{n-1}) + C(x_n) \int_{x_n}^{\infty} \sigma_e(x)\, dx$$

Une simplification importante intervenant souvent : en effet, fréquemment : $x_i - x_{i-1} = cte = \Delta x$.

De plus, x_n étant petit devant la profondeur de pénétration des particules.

$$C(x_n) \cdot \int_{x_n - x}^{\infty} \sigma_e(x)\, dx \neq C(x_n) \cdot \int_0^{\infty} \sigma_e(x)\, dx$$

Dans le cas où le dernier point ne correspond pas à la fin du profil et si la diminution de C(x) est suffisamment rapide par rapport à $\sigma_e(x)$ le terme $\int_{x_n - x}^{\infty} \sigma_e(x)\, dx$ peut être remplacé par $\left[x_n - x_{n-1}\right] \sigma_e\left[x_n - x\right]$.

La résolution du système donne une distribution de points permettant de tracer le profil que l'on peut ajuster par une méthode de moindres carrés.

En résumé, la méthode utilisant la dérivation de la courbe N(x) s'applique :

- sans corrections quand la variation de σ_e est faible sur la profondeur du profil,
- sans restrictions si σ_e est une fonction linéaire de x et le profil une fonction du type $C_o e^{-e_{x/x_0}}$.

Dans le cas où σ_e est une fonction du type σ_o^{-x/x_1} la courbe C(x) est une combinaison linéaire de N(x) et de $\frac{dN(x)}{dx}$. Si de plus N(x) est une fonction du type $N_o e^{-x/x_2}$, C(x) est directement proportionnel à N(x).

Si aucune de ces méthodes ne peut être appliquée, la détermination de C(x) est obtenue par résolution du système linéaire.

VI.2. APPLICATIONS -

Nous avons appliqué la méthode à la détermination de profils d'impuretés bore, phosphore et oxygène, soit :

- bore dans silicium, silice thermique et ZnTe,
- phosphore dans le silicium,
- oxygène dans les métaux (fer, nickel, niobium).

L'application de la méthode abrasion-comptage requiert la connaissance et la détermination de deux fonctions :

- profondeur abrasée en fonction du flux de particules ayant bombardé l'échantillon,
- taux de comptage N en fonction de la profondeur.

VI.2.1. Abrasion - Forme et linéarité -

Le diamètre de l'abrasion effectuée est déterminée par le diaphragme situé sur la cible ou au voisinage de celle-ci.

Nous choisissons de façon générale des diamètres d'abrasion supérieur au diamètre du faisceau d'analyse (Van de Graaff) de façon à pouvoir positionner ce dernier sur l'axe du trou et s'affranchir ainsi des effets de bord.

On obtient ainsi des abrasions bien définies géométriquement (*Fig.46*) et à fond plat. La vérification des profondeurs abrasées et de la géométrie des trous est réalisée :

- soit au moyen d'un palpeur mécanique Talystep,
- soit par microscopie interférentielle.

De façon générale, l'état de surface de l'échantillon devant être abrasé, conditionne le rendement de pulvérisation des premières couches.

Nous avons vérifié qu'en général l'abrasion est un phénomène linéaire, c'est-à-dire proportionnelle au flux total de particules, du moins lorsque l'on s'est affranchi des effets de surface.

Ainsi la courbe, profondeur en fonction de la charge d'ions Ar^+, ayant bombardé le silicium, est une droite (*Fig.47a*). Ceci a été vérifié pour une énergie de 1 keV sur du silicium ayant subi une diffusion de bore et sur du silicium implanté au lithium. Les mesures interférométriques et Talystep sont en bon accord.

Par contre, dans le cas d'un isolant comme SiO_2, le même type d'expériences montre (*Fig.47b*) que l'abrasion présente une non-linéarité sur les premières centaines d'Angström . La mesure a été effectuée en mesurant par réaction nucléaire $^{16}O(d,p)$ à 670 keV l'épaisseur restante d'une couche de SiO_2 (5000 Å initialement), après chaque abrasion. La mesure par réactions nucléaires donne un taux de comptage N_{po} sensiblement proportionnel à l'épaisseur de silice pour des épaisseurs inférieures à 5000 Å. L'explication de la non linéarité peut être de plusieurs types :

- effet de surface commun à tous les substrats,
- abrasion préférentielle de l'un des constituants de la silice, soit abrasion avec décomposition,
- effet de charge électrique.

Quoi qu'il en soit, cette non-linéarité dans l'abrasion peut être contrebalancée par la possibilité de mesure offerte par les réactions nucléaires.

De façon générale, la mesure de la profondeur abrasée se fait en deux étapes :

- étude de la linéarité de l'abrasion du substrat à analyser,
- après le tracé de profil, vérification de la profondeur totale abrasée.

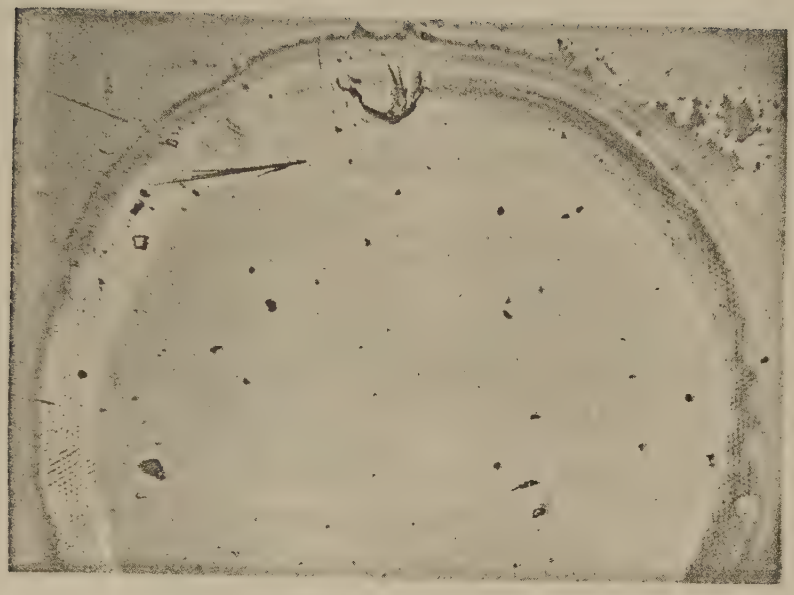


FIG. 46 ABRASION DANS LE SILICIUM(Φ=2mm; p=3 μm)

VI.2.2. Profils de Bore -

a)- Analyse nucléaire -

L'impureté bore est identifiée par la réaction nucléaire caractéristique ^{11}B (p,α) α, α. Les particules α_1 émises ont une énergie centrée approximativement sur 4 MeV, ce qui permet l'utilisation d'un écran pour supprimer les protons de 600 keV rétrodiffusés par le substrat. Il est donc possible de travailler avec un grand angle solide de détection ; ceci, combiné avec le fait que la section efficace de cette réaction est élevée ($\approx$ 100 mb/sr à Ep $\sim$ 650 keV), permet d'avoir des sensibilités d'analyse d'une dizaine de ppb.

b)- Profils de Bore dans le Silicium (diffusion) -

Pour une énergie des protons incidents de 660 keV, la section efficace de la réaction nucléaire varie de 5% pour une profondeur d'analyse de 1,5 μ dans le silicium. Le profil de concentration de bore s'obtient donc en dérivant la courbe de convolution expérimentale.

En effet, si nous supposons la variation de section efficace dans le milieu, linéaire, nous sommes amenés à introduire une longueur

$$x_o = 1{,}5 \cdot \frac{1}{5.10^{-2}} = 30\ \mu$$ (voir paragraphe exploitation mathématique).

La précision (p) de la courbe obtenue par dérivation est alors :

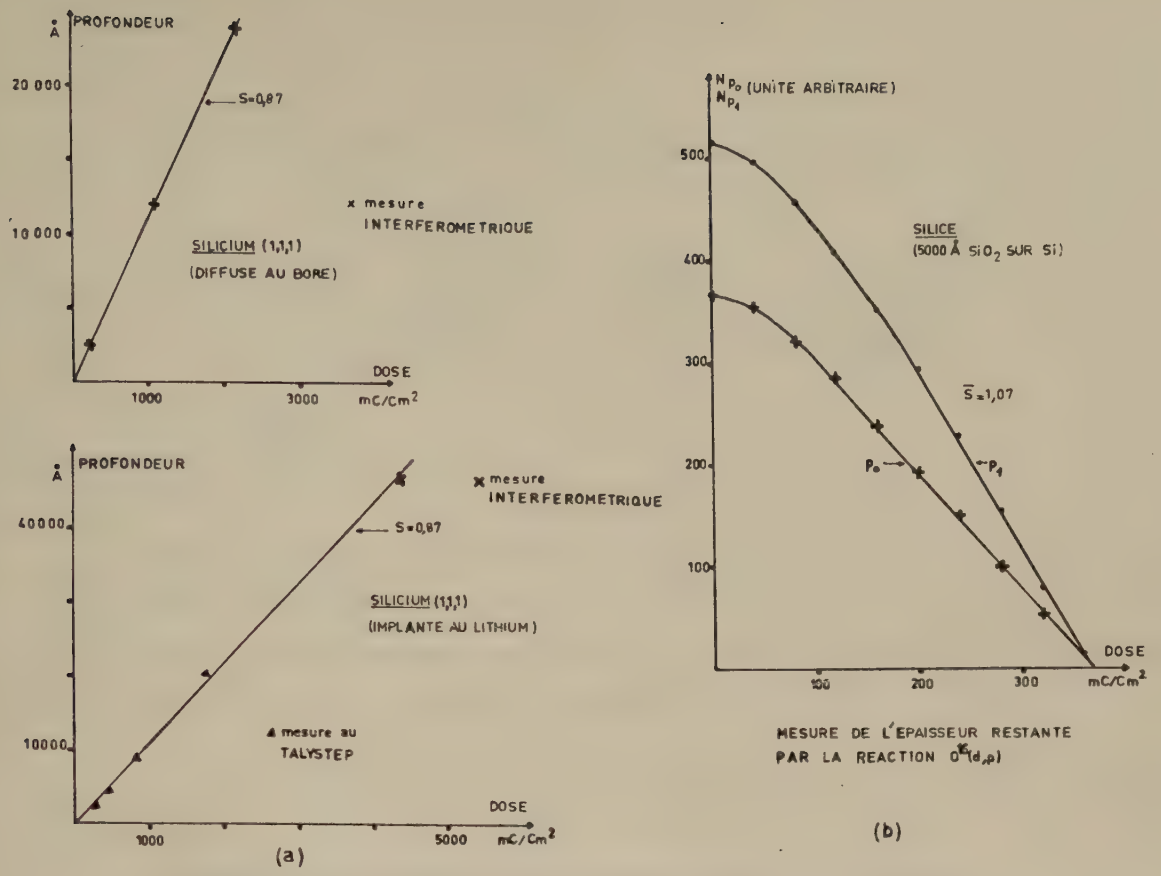
$$p = \frac{1}{x_o} \frac{\int_x^\infty C(x)\, dx}{C(x)}$$

Or, dans le cas de prédépôt, le profil de concentration suit en première approximation une loi du type /50/ :

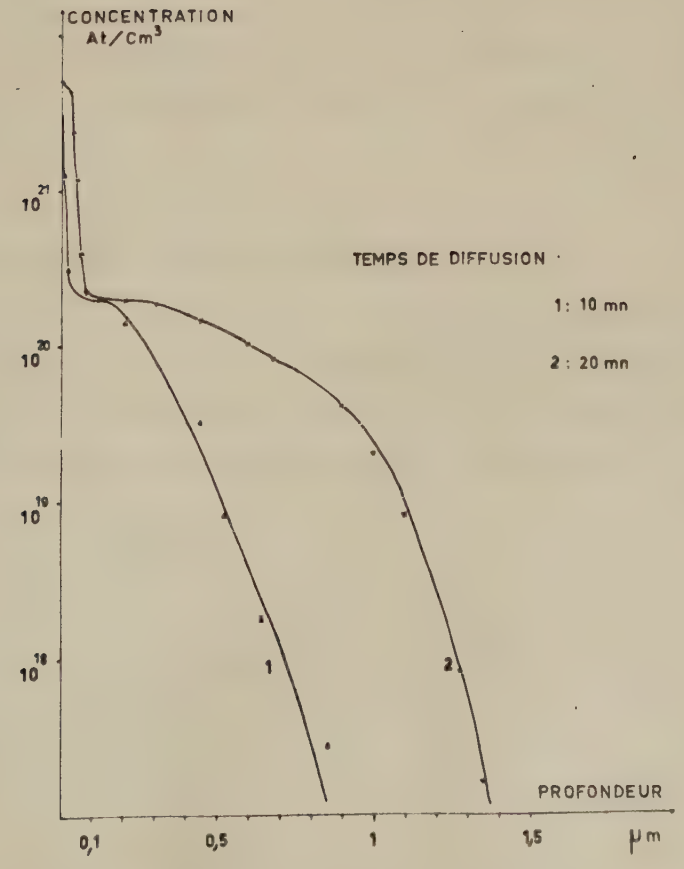
$$C(x,t) = C_s \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)$$

La précision est donc égale à :

$$p = \frac{1}{x_o} \frac{\int_x^\infty C_s \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) dx}{C_s \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)}$$



Fig·47. ETUDE DE L'ABRASION IONIQUE EN FONCTION DE LA DOSE



Fig·48· PROFILS DE BORE DANS LE SILICIUM . (DIFFUSION)

Or la fonction $C_s\, e^{-\frac{x^2}{4Dt}}$ majore la loi en erfc.

D'où : $$P < \frac{1}{x_o} \cdot \frac{\int_x^\infty C_s\, e^{-\frac{x^2}{4Dt}}\, dx}{C_s\, \mathrm{erfc}\left[\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right]} = \frac{\sqrt{\pi . Dt}}{x_o} \cdot \frac{\mathrm{erfc}\left[\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right]}{\mathrm{erfc}\left[\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right]}$$

D'où $$P < \frac{\sqrt{\pi . Dt}}{x_o}$$

Nous nous sommes intéressés aux profils de profondeur inférieure à 1,5 µ . Pour des profils plus étendus, le calcul reste valable, la valeur de x_o devant être remplacée par une valeur mieux adaptée à la description de la variation de σ_e sur cette profondeur.

Dans le cas de profils s'étendant sur 1,5 µ la longueur de diffusion est inférieure au micron, de l'ordre de 5000 Å en moyenne.

L'imprécision due à la dérivation est donc égale à :

$$\frac{0,5}{30} = 1,5\%$$

elle peut donc être négligée.

La *figure 48* représente deux profils de bore diffusé dans du silicium. La température de prédépôt est constante (1100°C) pour chaque temps de prédépôt. La mesure met en évidence une forte concentration de bore en surface du silicium, due à une formation probable de borure de silicium.

e)- Profils de Bore implanté -

L'analyse de tels profils, réalisée de façon analogue à celle des profils de diffusion, soulève le problème de la précision obtenue par dérivation de la courbe expérimentale. En effet, un profil d'implantation peut être caractérisé en première approximation par une distribution gaussienne :

$$C(x) = C_o e^{-\frac{(x-Rp)^2}{2(\Delta Rp)^2}}$$

Si la section efficace varie linéairement, soit :

$$\sigma_e(x) = \sigma_o \left(1 - \frac{x}{x_o}\right)$$

L'erreur introduite en assimilant C(x) à $\frac{dN}{dx}$ est alors :

$$p = \frac{\int_x^\infty C_o e^{-\frac{(x-Rp)^2}{2(\Delta Rp)^2}} dx}{x_o . C_o e^{-\frac{(x-Rp)^2}{2(\Delta Rp)^2}}}$$

Pour x > Rp, on vérifie aisément que :

$$p < \frac{\pi}{2} \frac{\Delta Rp}{x_o}$$

Pour x < Rp

$$p = \frac{\pi}{2} \frac{\Delta Rp}{x_o} \cdot \frac{1}{e^{-\frac{(x-Rp)^2}{2(\Delta Rp)^2}}} \left(1 + \operatorname{erf}\left(\frac{(Rp-x)}{\sqrt{2}(\Delta Rp)}\right)\right)$$

L'erreur introduite dans ce cas, est donc supérieure à celle du cas précédent.

Pour x variant de Rp à O, l'erreur relative varie de :

$$\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\Delta Rp}{x_o} \text{ à } \frac{\pi}{2} \cdot \frac{\Delta Rp}{x_o} \left[1 + \operatorname{erf}\left(\frac{Rp}{\sqrt{2}\ \Delta Rp}\right)\right] \cdot e^{\frac{Rp^2}{2\Delta Rp^2}}$$

Posons :

$$K(x) = \frac{1}{e^{-\frac{(x-Rp)^2}{2\Delta Rp^2}}} \left(1 + \operatorname{erf}\left(\frac{Rp-x}{2\Delta Rp}\right)\right)$$

Le tableau suivant indique les valeurs de K en fonction de la variable X

$$X = \frac{Rp-x}{\Delta Rp}$$

X	0	0,25	0,5	0,75	1	1,25	1,5	2	2,5	3
K	1	1,26	1,55	2,053	1,8	3,91	5,7	14,1	39	80

Il apparaît sur ce tableau que K prend des valeurs considérables pour des distances du maximum supérieures à ΔRp ; en fait, le calcul surévalue cette imprécision, car, ces résultats acquis pour le domaine O < x < Rp, supposent

une décroissance gaussienne dans cette région. Or, expérimentalement, on constate que dans ce domaine, la variation de C(x) est plus lente ; en particulier la concentration C(x) n'est ni nulle, ni négligeable pour x = 0.

• Implantation de bore dans la silice à 60 keV -

- Analyse nucléaire : l'analyse du bore dans la silice peut être effectuée au moyen de la réaction $^{11}B(p,\alpha)$. Mais, la réaction $^{18}O(p,\alpha)^{15}$, se présentant alors comme une réaction de compétition, est susceptible de perturber la mesure.

En effet, l'oxygène naturel contenant 2°/₀₀ d'^{18}O, le nombre d'atomes par cm^2 présentés par une couche de silice thermique est :

$$2.10^{-3} \cdot 2 \cdot \frac{N}{M} \cdot d \cdot (\text{épaisseur}) \qquad \begin{matrix} d = 2,27 \\ M = 60 \end{matrix}$$

soit : $n = 9,1 \cdot 10^{19}$ at/cm^2 pour une épaisseur de 1 micron.

La section efficace de la réaction $^{18}O(p,\alpha)^{15}N$ présente une résonnance très étroite à 628 keV. Afin de perturber au minimum la mesure, il est nécessaire de choisir une énergie inférieure à 628 keV de façon à ne pas déplacer cette résonnance de l'intérieur à l'extérieur de la couche d'oxyde à analyser. Le choix d'une énergie inférieure à 600 keV empêche donc de choisir l'énergie optimum pour la réaction $^{11}B(p,\alpha)$, à savoir la résonnance (620 keV). Mais la décroissance de la section efficace de la réaction $^{18}O(p,\alpha)$, quand E diminue (au-dessous de 600 keV), est sensiblement exponentielle, alors que la section efficace de la réaction $^{11}B(p,\alpha)$ peut être mise sous la forme suivante :

pour 450 keV < E < 800 keV $$\sigma(E) = \frac{\sigma_o \times \Gamma^2/4}{(Ep-628)^2 + \frac{\Gamma^2}{4}}$$

Le tableau suivant indique les variations des sections efficaces des deux réactions entre 600 et 400 keV.

E	600	550	500	450	400	keV
$\sigma^{11}B$	100	80	60	40	28	mb/st
$\sigma^{18}O$	8	3	1	0,5	0,2	mb/st
rapport	12,5	26,7	60	80	140	

Evaluons la perturbation apportée par la présence de l'oxygène en fonction du rapport des sections efficaces $\frac{\sigma^{11}B}{\sigma^{18}O}$.

Soit $C(x) = C_m \, e^{-\frac{(x-Rp)^2}{2(\Delta Rp)^2}}$ le profil à déterminer

C_o la concentration de ^{18}O dans la couche

e l'épaisseur de la couche de SiO_2

$\mathcal{N}$ le nombre d'atomes par cm^2 d'oxygène présenté par la couche de SiO_2

$\mathcal{N}'$ le nombre d'atomes par cm^2 de bore présenté par le profil

Alors $C(x) = \frac{-1}{N_i \cdot \Delta\Omega \cdot \sigma^{11}B} \frac{dN}{dx} + \frac{\int_x^\infty C(x)\,dx}{x_o} + C_o \frac{\sigma^{18}O}{\sigma^{11}B}$

$\mathcal{N} = C_o \cdot e$

$\mathcal{N}' = \int_o^\infty C(x)\,dx = C_m \cdot \sqrt{2\pi} \cdot \Delta Rp$

L'erreur relative introduite par la présence de l'oxygène est donc :

$\frac{\Delta c}{c} = \frac{\sigma^{18}O}{\sigma^{11}B} \cdot \frac{C_o}{C(x)} = \frac{\mathcal{N}}{\mathcal{N}'} \cdot \frac{\sqrt{2\pi} \cdot \Delta Rp}{e} \cdot \frac{\sigma^{18}O}{\sigma^{11}B}$

Il est donc nécessaire de choisir le rapport $\frac{\sigma^{11}B}{\sigma^{18}O}$ maximum. La méthode s'applique d'autant mieux que la dose implantée est grande devant $\sqrt{\mathcal{N}}$ ($\mathcal{N} = 4{,}5.10^{+15}$ at/cm^2 pour e = 5000 Å).

Nous avons appliqué la méthode à la détermination d'un profil de bore implanté dans une couche de silice thermique (4300 Å) à 80 keV (10^{15} at/cm^2).

L'énergie choisie est 400 keV. Ainsi $\frac{\sigma^{11}B}{\sigma^{18}O} = 140$.

La section efficace varie linéairement sur la profondeur de la couche ; $x_o = 2{,}3$ µ m.

Afin de minimiser les erreurs de non linéarité d'abrasion, d'imprécision due à la variation de la section efficace, nous nous sommes limités dans le tracé du profil à la région 0,15 μ à 0,35 μ .

La *figure 49* montre le résultat obtenu par dérivation de la distribution expérimentale lissée par des fonctions du type spline afin de tenir compte des erreurs statistiques. L'accord avec le résultat fourni par la sonde ionique est excellent.

Les valeurs Rp et ΔRp calculées sont 2100 Å et 550 Å.

Cette étude entreprise en collaboration avec J.L. COMBASSON et N. HILLERET a permis de vérifier, par comparaison avec les mesures fournies par l'analyseur ionique, la validité de la méthode.

Remarque - Nous pouvons déterminer la précision de la méthode connaissant Rp et ΔRp.

- incertitude due à la variation de $\sigma^{11}B$

$$\frac{\pi}{2}\,\frac{\Delta Rp}{x_o} = 3\%$$

- incertitude due à l'oxygène

$$-\,.\,\sqrt{2\pi}\,.\,\frac{\Delta Rp}{e}\,.\,\frac{\sigma^{18}O}{\sigma^{11}B} = 5{,}73.10^{-4}$$

On vérifie a posteriori que la méthode est applicable.

. Implantation de bore dans le ZnTe-

Le problème est plus simple que dans le cas de la silice ; en effet, l'inexistence de réactions de compétitions permet d'utiliser une énergie incidente de 660 keV.

L'erreur introduite en assimilant le profil à la courbe $\frac{dN}{dx}$ est donc faible. La *figure 50* montre deux profils obtenus, comme dans le cas précédent, par dérivation de la courbe N(x) obtenue par lissage de la distribution expérimentale, au moyen de fonctions Spline. Il s'agit d'implantations décanalisées à 50 keV et 140 keV.

Les valeurs des profondeurs d'implantation Rp et des largeurs de profil ΔRp sont comparées dans le tableau suivant aux valeurs théoriques déduites du modèle L.S.S. /51/, par COMBASSON /52/ d'après un algorithme de

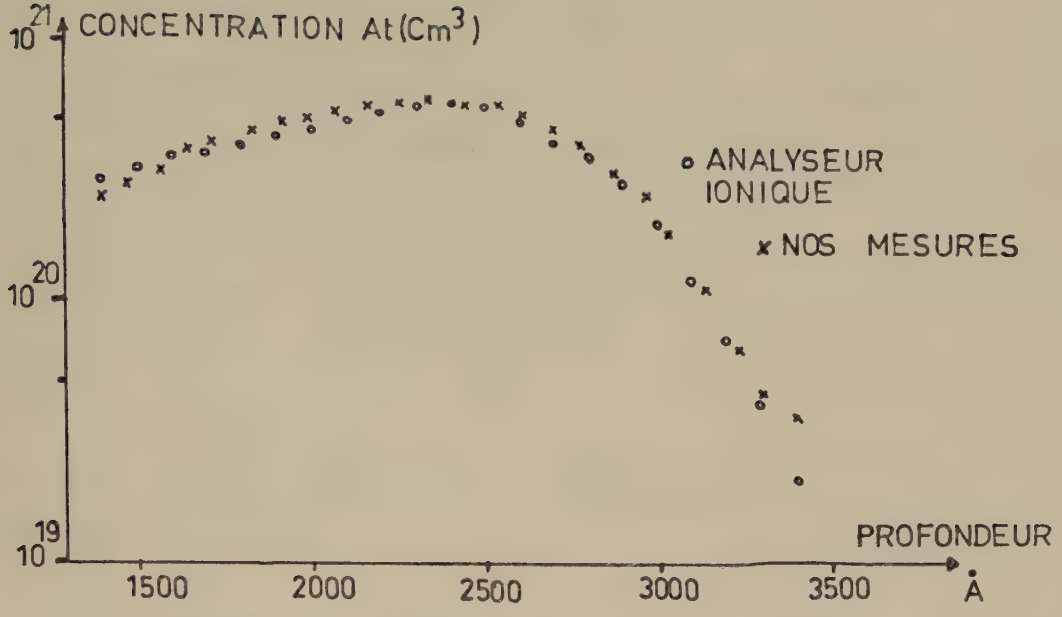


FIG. 49 PROFIL DE BORE IMPLANTE A 60 KeV DANS SiO_2 - COMPARAISON AVEC LES MESURES DE L'ANALYSEUR IONIQUE

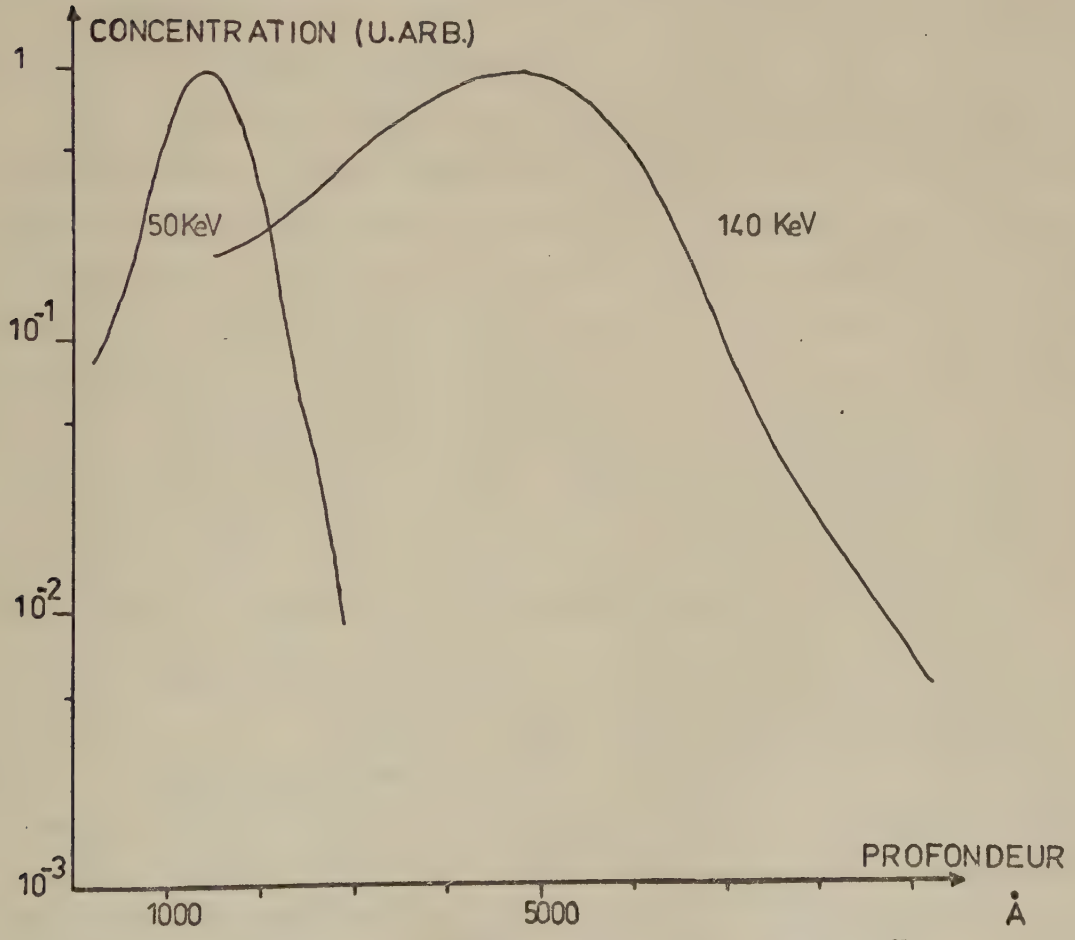


FIG. 50 PROFILS DE BORE IMPLANTE DANS LE ZnTe EN DIRECTION NON CANALISEE

K.B. WINTERBORN /53/ et par W.S. JOHNSON /54/

Energie	Rp			ΔRp		
	JOHNSON	COMBASSON	EXPERIMENTAL	JOHNSON	COMBASSON	EXPERIMENTAL
50 keV	1353	1325	1442	812	887	512
140 keV	3837	3848	4519	1578	1760	1488

L'accord semble bon en ce qui concerne la valeur du parcours projeté Rp alors qu'expérimentalement le straggling de parcours est trouvé largement inférieur aux valeurs théoriques.

VI.2.3. Diffusion de Phosphore -

a) - Analyse nucléaire -

L'identification du phosphore par réactions nucléaires à basse énergie est énergétiquement possible en utilisant comme particules incidentes des protons, des deutons, des tritons et des ions hélium (^3He, ^4He). Lorsque le substrat est constitué par du silicium, les réactions ^{31}P $(p,\alpha)^{28}Si$, ^{31}P $(p,\gamma)^{32}S$ et $^{31}P(\alpha,p)^{34}S$ sont les seules à ne pas donner lieu à des réactions de compétition. La réaction ^{31}P $(p,\gamma_0)^{32}S$ présente une section efficace faible = 25 µb/sr et de plus l'efficacité d'un détecteur est faible. Bien que nous n'ayons pas essayé ce mode de détection du phosphore, nous pensons que la sensibilité d'analyse est faible. La section efficace de la réaction ^{31}P $(\alpha,p)^{34}S$ ne devient mesurable que pour E α > 2,3 MeV. Cette énergie ne peut pas être atteinte avec notre accélérateur.

Aussi, nous avons choisi la réaction ^{31}P $(p,\alpha)^{28}Si$ pour l'analyse du phosphore dans le silicium. L'étude expérimentale de la réaction ^{31}P $(p,\alpha)^{28}Si$ met en évidence la formation d'états composés du ^{32}S et la courbe d'excitation présente de nombreuses résonances. Pour une énergie des protons inférieure à 2 MeV la section efficace maximum se trouve à une résonance correspondant à Ep = 1892 KeV - (σ max ≃ 15 mb/sr, Γ = 23,5 KeV). Par suite du faible bilan énergétique de la réaction (Q = 1,917 MeV) l'énergie des particules α émises est de l'ordre de 3 MeV (à Ep = 1892 KeV, θ_1 = 135°); il n'est

donc pas possible de placer des écrans devant le détecteur pour supprimer les protons rétrodiffusés par le substrat. Aussi pour chaque particule α détectée on peut estimer que l'on compte également 10^4 à 10^5 protons diffusés. Le taux de comptage peut ainsi atteindre 10^4 à 10^5/s et les spectres comportent alors une traînée d'empilement non négligeable. Avec des protons de 1892 KeV d'énergie le spectre d'empilement s'étend jusqu'à 3,36 MeV c'est-à-dire qu'il couvre largement le pic des particules α de 3 MeV.

L'on a tourné la difficulté en utilisant un détecteur $\frac{dE}{dx}$ d'épaisseur 10 μ environ, capable de donner la pleine énergie des particules α sans toutefois arrêter complètement les protons diffusés. Avec cette technique des protons diffusés de 1,68 MeV perdent environ 350 KeV dans le détecteur.

Le pic d'empilement du premier ordre se situe ainsi à une énergie bien inférieure à celle des particules α. Nous avons estimé cette méthode préférable à celle qui consiste à utiliser des circuits anti-empilements et une jonction E. En effet, ces derniers ne permettent généralement pas d'annuler le pic de double empilement dû à deux impulsions qui s'ajoutent dans le détecteur (temps de collection des charges). Or, ce pic se trouve précisément à une énergie voisine et supérieure à celle des particules α que l'on veut détecter.

Les spectres obtenus avec un détecteur $\frac{dE}{dx}$ (de ≃ 10 μ) et un détecteur E (300 μ) sont montrés *figure 51*.

Deux points méritent d'être soulignés :

- A taux de comptage égal, le détecteur $\frac{dE}{dx}$ permet une précision meilleure que le détecteur E.

- La méthode ne permet pas d'utiliser des faisceaux importants et par conséquent les temps de comptage restent longs (de quelques minutes à une heure par point d'analyse).

- Sensibilité -

Avec nos conditions expérimentales, l'ordre de grandeur de la sensibilité maximale peut être estimé de la manière suivante :

L'angle solide de détection est de l'ordre de 10^{-3} sr et la section efficace à la résonance de ≃ 15 mb/sr. Comme il n'existe pas de bruit de fond naturel à l'emplacement du pic des particules α, on peut avoir une idée de la concentration minimale en comptant 10 à 100 coups pendant 1 heure.

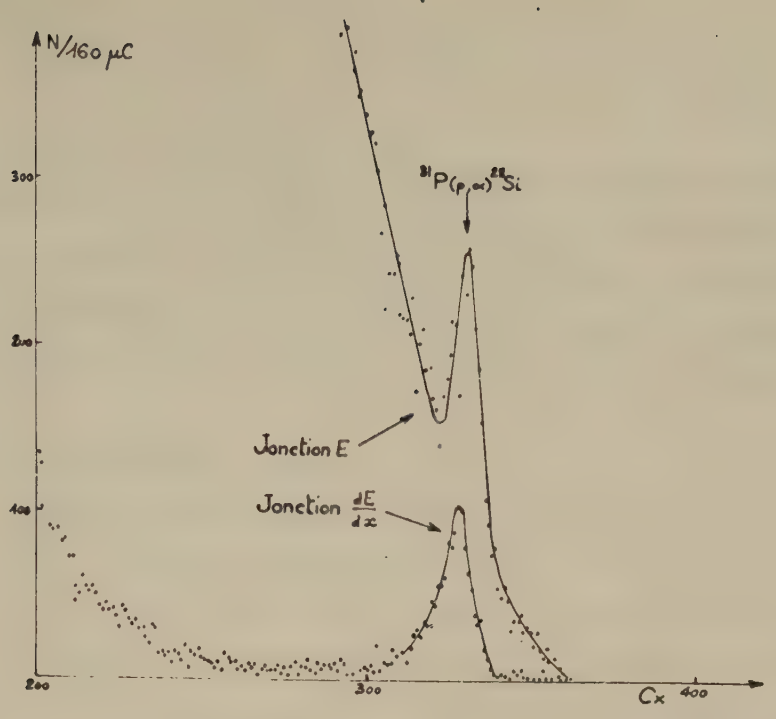


FIG.51 SPECTRE DE LA REACTION $^{31}P(p,\alpha)^{28}Si$

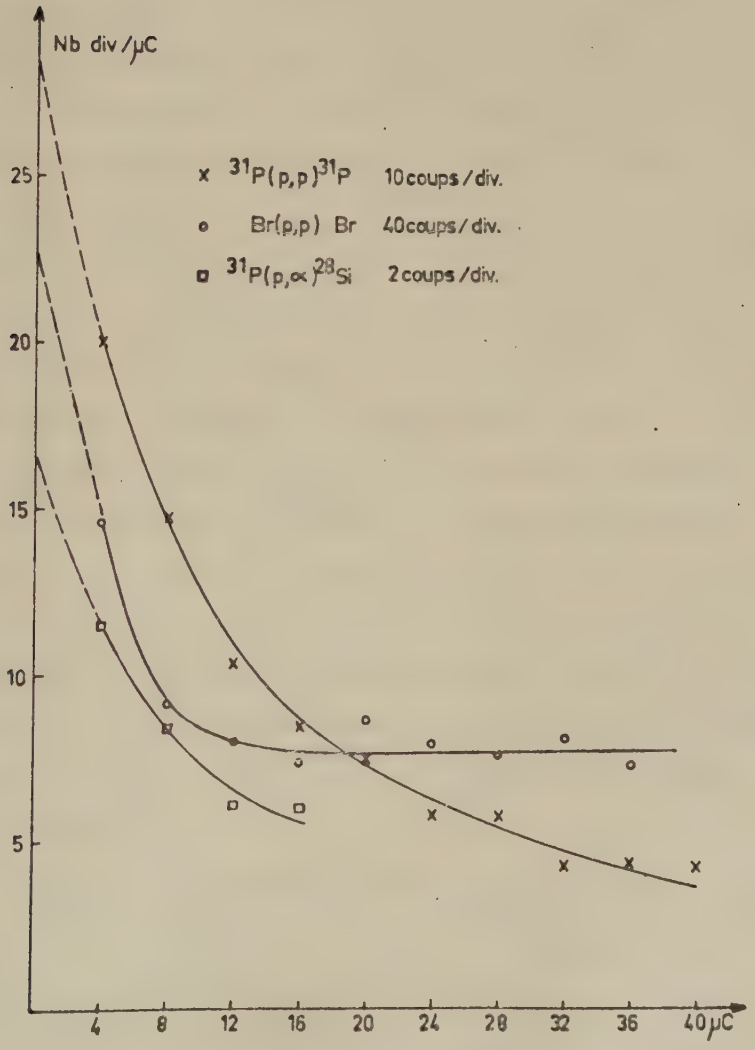


FIG.52 APPAUVRISSEMENT D'UNE CIBLE DE METHYL TRIPHENYL PHOSPHONIUM SOUS L IMPACT DU FAISCEAU (DOSE EN µC)

Si l'on admet un courant de 0,1 µA sur la cible, il est possible d'évaluer 10^{14} à 10^{15} at/cm^2 de phosphore répartis en cible mince. Par rapport au Bore pour lequel on peut détecter ≃ 10^{12} at/cm^2, la sensibilité est très faible. Cependant, elle s'avère suffisante pour les études de diffusion pour lesquelles les concentrations atteignent 10^{21} at/cm^3.

- Précision -

On sait que la mesure d'une concentration est possible, soit par comparaison avec un échantillon étalon, soit par mesure directe des paramètres expérimentaux ; (angle solide, section efficace, intégration des particules incidentes). La fabrication d'une cible étalon ou la mesure de la section efficace de la réaction ^{31}P (p,α)^{28}Si est en principe aisée en utilisant une cible mince d'un composé du phosphore comportant un corps lourd. En effet, on peut mesurer son épaisseur par diffusion élastique sur le corps lourd (en vérifiant qu'il intervient seulement le terme coulombien). Une telle expérience suppose cependant que la composition de la cible est bien connue et qu'elle ne varie pas, soit en cours de fabrication, soit sous l'impact du faisceau. Deux types de cible ont été utilisés :

- Par déposition d'une solution de méthyl-triphényl phosphonium ($Ø_3$ - PCH_3 Br). Ce composé présente l'inconvénient de se décomposer sous l'impact du faisceau. La *figure 52* montre que l'épaisseur de la cible décroît en fonction du temps d'irradiation. Il n'est donc pas possible de l'utiliser comme référence. Cependant, en extrapolant les courbes pour un temps d'irradiation nul, on peut déduire que la section efficace de la réaction ^{31}P (p,α)^{28}Si est de 15 mb/sr à la résonance de 1892 KeV et pour θ_L = 145°.

- Par évaporation d'une couche de phosphure de zinc ($Zn_3 P_2$). On a dans ce cas une cible stable en présence de faisceau. Cependant nous avons constaté de grandes inhomogénéités dans ces cibles (facteur 2). Il est donc également difficile de les utiliser comme étalon. La section efficace de la réaction ^{31}P (p,α)^{28}Si à Ep = 1892 keV et θ_L = 145° est trouvée, d'après ces mesures, égale à 15 mb/sr.

Malgré l'excellent accord qui existe dans ces deux mesures, les résultats de la littérature sont relativement dispersés. Citons quelques valeurs pour la résonance de 1892 keV et θ_L = 145° [55] 18 mb/sr ; [56] 17,5 mb/sr ; [57] 2 mb/sr. Ceci prouve qu'il serait souhaitable de faire des mesures précises avec une cible gazeuse par exemple.

En conclusion, il apparaît donc que, par suite des difficultés observées pour élaborer une cible étalon, nous pouvons normaliser nos résultats en prenant une section efficace moyenne de 15,5 mb/sr. La précision en valeur absolue étant environ de 25%.

b)- Relevé de profils de diffusion de phosphore dans le Silicium -

En fonction de la profondeur x d'analyse la section efficace de la réaction $^{31}P\ (p,\alpha)^{28}Si$ se met sous la forme :

$$\sigma = \frac{\Gamma^2}{4} \frac{\sigma_o}{(Ep - Sx - Er)^2 + \frac{\Gamma^2}{4}}$$

ou Γ = Largeur de la résonance (23,5 keV)

Ep = Energie des protons incidents

Er = Energie de la résonance

S = Perte d'énergie des protons incidents/unité longueur.

L'exploitation de la distribution expérimentale a été effectuée numériquement par la méthode générale. Un terme de straggling en énergie δ a é introduit. Une première sommation par rapport à E_k donne le comptage dû à une cible d'épaisseur Δx et une deuxième sommation sur n tranches d'épaisseur $(x_{i+1} - x_i)$ (formant le profil) donne le comptage total.

$$Nj = Nd\Omega \frac{\Gamma^2}{4} \sum_{i=j}^{i=n} C(x_i) \frac{x_{i+1}-x_i}{\sqrt{2\pi}\delta(x_i-x_j)} \sum_{E_k=0}^{E_k=E_p} \exp - \frac{\left[E(x_i-x_j) - E_k(x_i-x_j)\right]^2}{2\,\delta^2\,(x_i-x_j)} \frac{\sigma_o}{(E_R-E_K)^2+\frac{\Gamma^2}{4}}$$

Pour différentes profondeurs d'abrasion, on calcule à partir de cette équation les coefficients Σ_{E_K} . On aboutit alors à un système d'équations qui permet de donner facilement les concentrations Cj

$$\begin{array}{l} \text{1ère abrasion} \\ \text{2ème abrasion} \\ \\ \\ \\ \text{n ème abrasion} \end{array} \begin{bmatrix} N_o \\ N_1 \\ \\ N_j \\ N_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_{01} & \alpha_{02} & \cdots & \alpha_{0i} & \cdots & \alpha_{0n} \\ 0 & \alpha_{12} & \cdots & \alpha_{1i} & \cdots & \alpha_{1n} \\ 0 & 0 & \cdots & & & \\ & & \cdots & \alpha_{ji} & \cdots & \\ & & & & \cdots & \alpha_{nn} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} C_o \\ C_1 \\ \\ C_j \\ C_n \end{bmatrix}$$

Les résultats expérimentaux et les profils déduits de ce calcul sont représentés *figure 53*. On observe que tous les profils présentent un point d'inflexion et que pour les grands temps de diffusion il y a formation d'un plateau. Ce phénomène a fait l'objet de diverses publications, mais il est interprété différemment suivant les auteurs. L'interprétation physique des mesures ainsi réalisées fait l'objet d'un sujet de thèse /65/.

VI.2.4. Diffusion de l'oxygène dans les métaux -

L'ensemble accélérateur-abraseur ionique permet de faire des mesures sur des échantillons actifs car il est aisé de limiter la contamination (due à l'abrasion) à la chambre à cibles. Aussi on a pu contribuer à une étude /60/ sur la diffusion de l'oxygène dans les métaux ayant été irradiés en pile. (Une diffusion anormale sous irradiation avait déjà été signalée /58/ /59/).

Pour augmenter la sensibilité des mesures, on utilise un marquage par ^{18}O en irradiant les échantillons dans des ampoules contenant de l'eau enrichie en ^{18}O.

La *figure 54a* représente la courbe de convolution expérimentale de $l'^{18}O$ pour des échantillons de niobium irradiés pendant 50 heures sous un flux de $1,4.10^{13}$ neutrons rapides/s/cm^2 et 7.10^{13} neutrons thermiques/s/cm^2.

La *figure 54b* représente la courbe de convolution expérimentale de $l'^{18}O$ pour des échantillons de nickel pour une durée d'irradiation identique.

Les résultats obtenus montrent que l'on peut observer une diffusion de l'oxygène sous irradiation dans le cas du niobium et que l'on n'observe rien dans le cas du nickel. Des expériences en cours permettront de mieux comprendre le processus de diffusion de l'oxygène sous irradiation.

Remarque - la section efficace de la réaction $^{18}O\ (p,\alpha)^{15}N$ peut être représentée au-dessous de 600 keV par une fonction du type :

$$\sigma = \sigma_o\ e^{E/E_o} \qquad E_o \sim 60 \text{ keV}$$

A 600 keV la perte d'énergie dans le nickel est 138 keV/µm

d'où $\sigma = \sigma_o\ e^{-\frac{x}{x_o}}$ avec $x_o = 4400$ Å

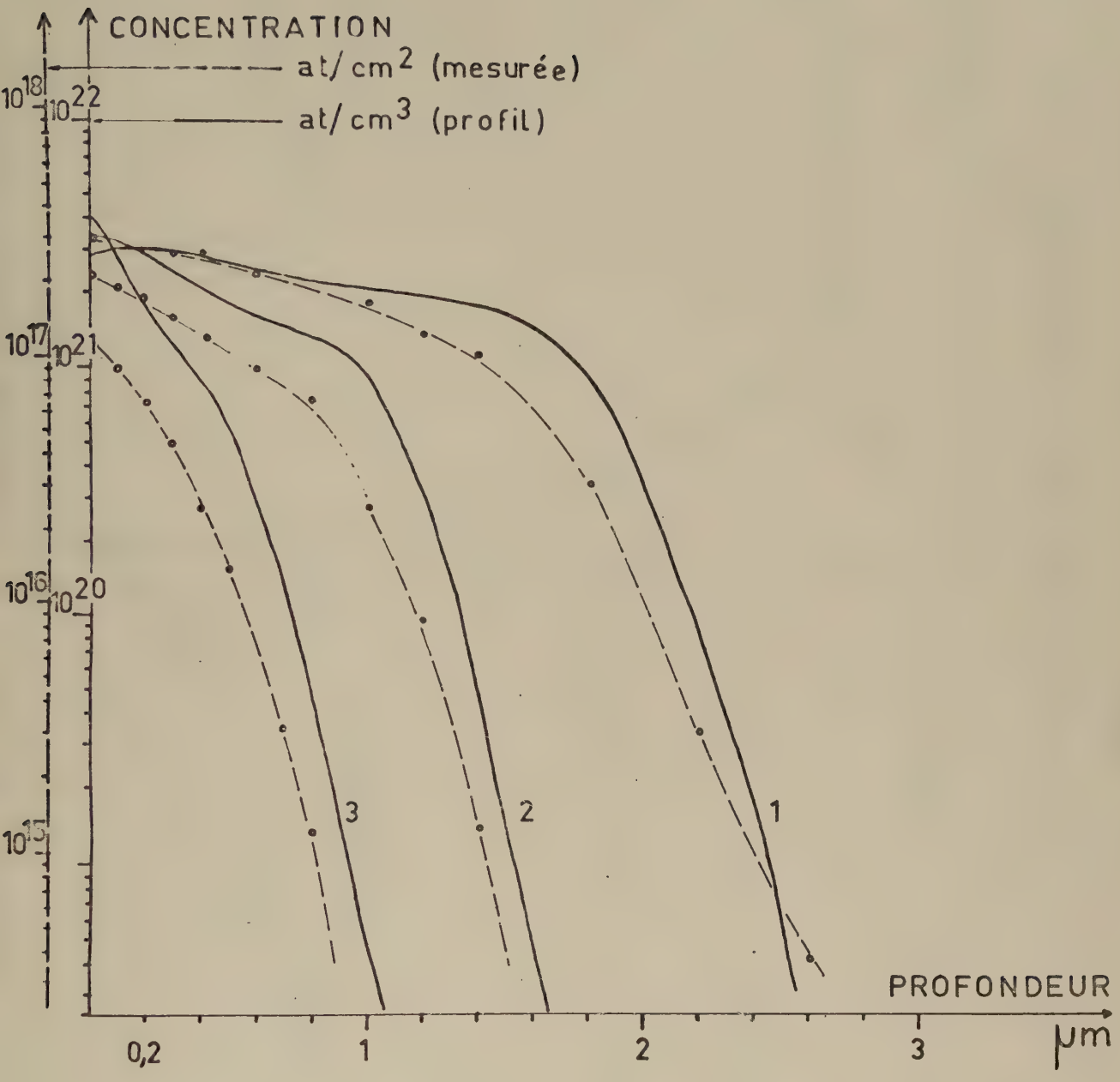


Fig ·53· PROFILS DE PHOSPHORE DANS LE SILICIUM

DIFFUSION :

1] PREDEPOT 130 mn A 1050 °C

2] // 60 // //

3] // 20 // //

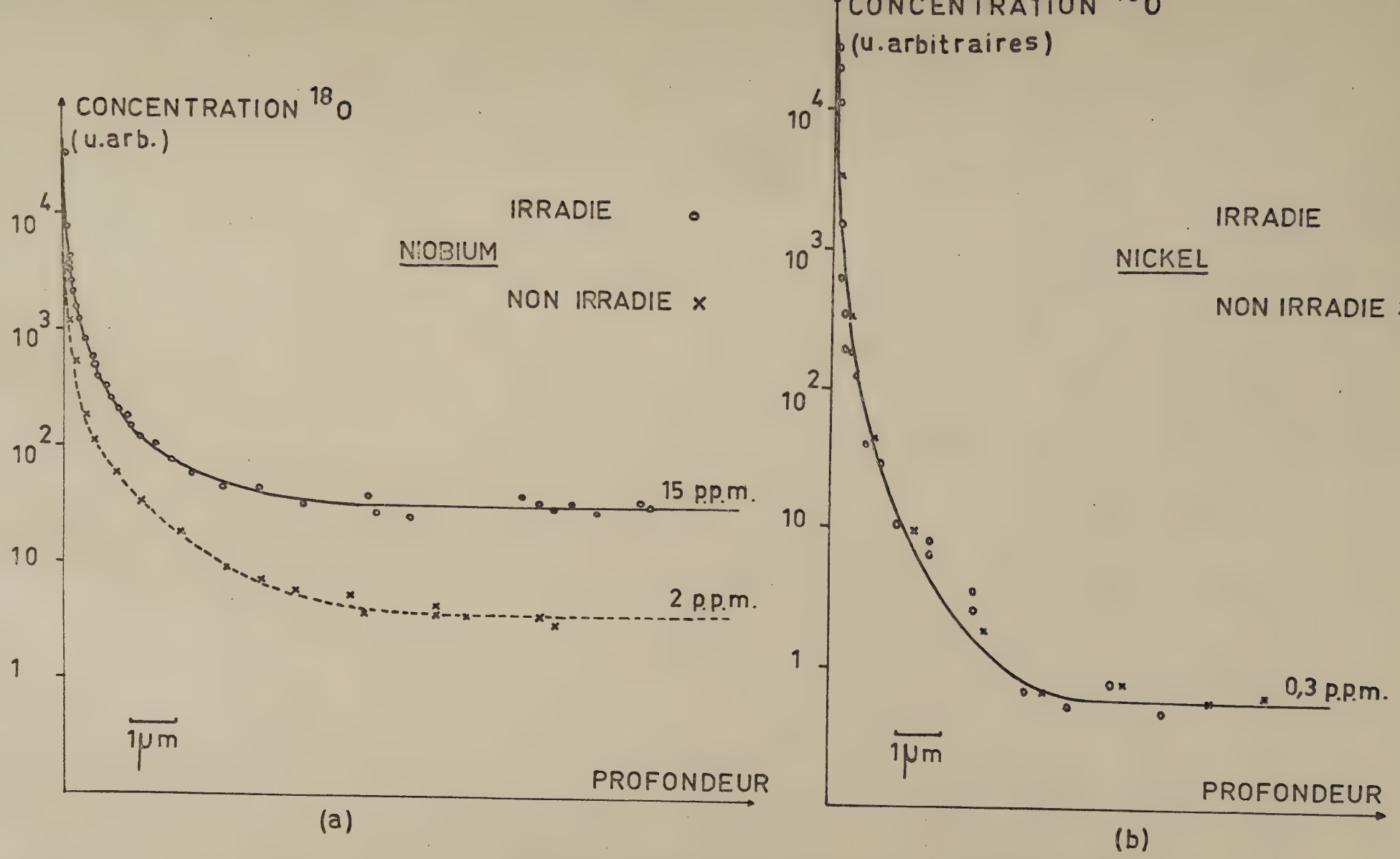


FIG.54 INFLUENCE DE L'IRRADIATION NEUTRONIQUE SUR LA DIFFUSION DE L'OXYGENE DANS LES METAUX

Or, le profil C(x) est relié dans ce cas à la distribution N(x) par la relation :

$$C(x) = - \frac{1}{\sigma_o \cdot N_i \cdot \Delta\Omega} \left(\frac{dN}{dx} + \frac{N(x)}{x_o} \right)$$

Donc, sauf, vers le début du profil où $\frac{dN}{dx} >> \frac{N(x)}{x_o}$

la forme du profil cherché C(x) est celle de la distribution expérimentale N(x), car $\frac{dN}{dx} << \frac{N(x)}{x_o}$

D'où $C(x) \# - \frac{1}{\sigma_o \cdot N_i \cdot \Delta\Omega} \frac{N(x)}{x_o}$

CHAPITRE VII

CONCLUSION

VII.1. APPORT DE LA METHODE -

Ces expériences nous ont permis d'apporter une contribution à des études aussi diverses que la micro-électronique et la physique de la diffusion sous irradiation neutronique. De plus, elles montrent que la méthode mise au point est applicable à un grand nombre de problèmes et peut apporter un complément aux autres méthodes d'analyse. En effet, la comparaison /61/ /62/ des résultats acquis par notre méthode avec ceux obtenus par l'analyseur ionique de CASTAING SLODZIAN permet de vérifier la validité d'une méthode par rapport à l'autre. En outre, la complémentarité de ces deux méthodes apparaît clairement ; l'analyseur ionique, d'une utilisation plus générale que la méthode du tracé de profils par réactions nucléaires, utilise les possibilités de cette méthode pour ses étalonnages. D'autre part, dans le cas où les interférences de masse rendent l'analyseur ionique insensible, la méthode utilisant les réactions nucléaires peut, dans certains cas, fournir une solution ; par exemple dans le cas de l'analyse du phosphore dans un substrat de silicium, les interférences de $Si^{30}H$ avec P perturbent l'analyse /63/ alors que les réactions nucléaires offrent la possibilité d'analyser cet élément par la réaction $P^{31}(p,\alpha)Si^{28}$. Nous avons pu ainsi collaborer à une étude /50/ /64/ sur la diffusion du phosphore dans le silicium. Le tracé d'un réseau de profils (une vingtaine) a été réalisé (les paramètres étant la température et la durée de la diffusion). L'ensemble de ces résultats doit permettre /65/ de mettre en évidence le mécanisme de diffusion du phosphore dans le silicium. La durée totale de l'expérience peut être estimée à 60 heures ; ceci prouve que l'exploitation de la méthode pourrait être amenée au stade industriel car la vitesse d'acquisition des résultats est acceptable.

VII.2. DEVELOPPEMENT DE LA METHODE -

La méthode d'abrasion-analyse est d'autre part bien adaptée à la détermination des parcours des particules implantées dans un substrat. Les profils de concentration obtenus dans ce cas sont du type gaussien, soit en première approximation :

$$C(x) = C_o \cdot e^{\frac{-(x - Rp)^2}{2 \cdot \Delta Rp^2}}$$

Rp est la profondeur du maximum de concentration, ΔRp l'écart quadratique moyen. Remarquons que la profondeur du maximum peut être différente de la profondeur moyenne, la différence étant d'autant plus grande que le profil s'éloigne de la forme gaussienne. La méthode permet avec une bonne précision de déterminer Rp et ΔRp (même si le profil n'est pas gaussien). En effet, la distribution expérimentale de points N(x) est reliée, dans le cas où la section efficace varie peu, à la courbe de concentration C(x) par la relation :

$$C(x) = - k \frac{dN(x)}{dx}$$

Or :

$$Rp = \int_o^x x\, C(x)\, dx \Big/ \int_o^\infty C(x)\, dx$$

$$\Delta Rp^2 = \int_o^\infty (x-Rp)^2\, C(x)\, dx \Big/ \int_o^\infty C(x)\, dx$$

Soit :

$$Rp = \frac{1}{N(o)} \int_o^\infty N(x)\, dx$$

$$\Delta Rp^2 = \frac{2}{N(o)} \int_o^\infty x\, N(x)\, dx - Rp^2$$

Par conséquent, les quantités Rp et ΔRp sont directement déterminées à partir des mesures expérimentales. De plus Rp étant déterminé par une sommation de valeurs numériques (intégration), l'erreur sur la détermination de Rp est plus faible que l'erreur statistique sur N(x) ; cette détermination est donc supérieure à celle qui consiste à rechercher le maximum d'une courbe.

Dans le cas plus général où la section efficace ne peut être considérée comme constante, on montre simplement que l'erreur commise sur Rp et ΔRp, en appliquant les formules précédentes est du deuxième ordre par rapport à la variation de la section efficace. La méthode peut donc apporter un complément expérimental aux études de parcours de particules dans les matériaux, de pertes d'énergie par chocs électroniques et chocs nucléaires et ainsi permettre de vérifier la validité des potentiels d'interaction atomiques choisis et des lois de ralentissement électronique.

Le bombardement par des ions lourds de faible énergie (< 50 keV), utilisé comme moyen d'abrasion superficielle, introduit des défauts de structure uniquement dans les couches superficielles de la matrice cristalline (quelques dizaines de couches). Pour des conditions de bombardement analogues à celles de nos conditions expérimentales (Ar^+, 1 - 2 keV), le germanium n'est perturbé que sur une épaisseur de 30 à 40 Å au-dessous de la surface /66/. C'est pourquoi dans le cas du silicium l'étude par canalisation du nombre de défauts créés ne met pas en évidence une altération du réseau cristallin. Il est donc possible de tracer un profil du nombre de défauts en fonction de la profondeur, pour une matrice implantée par exemple, en combinant l'analyse par canalisation et l'abrasion ionique.

En résumé, nous disposons, avec le système de tracé de profil par réactions nucléaires et l'ensemble d'analyse par canalisation, d'un moyen pour étudier :

- les pertes d'énergie et les parcours des particules implantées,
- les défauts créés par l'implantation.

L'étude simultanée de ces deux processus revêt une importante particulière en micro-électronique. En effet, le profil de concentration C(x) et le profil de distribution de défauts dans la matrice cristalline sont deux courbes distinctes /67/, le transfert maximum d'énergie de la particule incidente au réseau cristallin a lieu avant la fin du parcours, ceci explique que le maximum de défauts créés soit situé à des profondeurs plus faibles que celle du maximum de concentration de particules implantées. Or, en électronique le nombre, la nature et la répartition de ces défauts par rapport au profil d'impuretés conditionnent le fonctionnement du dispositif créé.

Remarque - le nombre de défauts superficiels créés et le nombre de couches superficielles altérées par le bombardement ionique de pulvérisation dépendent étroitement de la combinaison ion-cible et de l'énergie de bombardement. En effet, le bombardement ionique peut être partagé en deux

phénomènes essentiels :

- chocs superficiels et pulvérisation,
- pénétration, implantation et création de défauts en profondeurs.

Le partage entre ces deux phénomènes est tel qu'à basse énergie la pulvérisation est prépondérante alors qu'à haute énergie le phénomène d'implantation intervient essentiellement. Pour une énergie intermédiaire la profondeur de défauts créés et leur nombre est donc, à l'équilibre, la conséquence du partage entre ces deux phénomènes. Il est clair que dans notre cas nous devons favoriser la solution permettant d'avoir une vitesse d'abrasion acceptable et donnant une profondeur perturbée minimum. Nous choisissons donc un corps dont les ions ont une grande efficacité de pulvérisation à basse énergie. L'efficacité S croissant en première approximation avec la masse, le choix d'un corps lourd s'impose. Or les travaux d'O.ALMEN et G. BRUCE ayant mis en évidence une semi-périodicité dans la courbe S en fonction du numéro atomique de l'ion, où les maximums ont lieu pour le gaz rare du groupe, nous choisissons donc un gaz rare de masse élevée. Nous avons donc utilisé dans un premier temps l'argon (M = 40), mais le Krypton et le Xenon permettraient de diminuer l'épaisseur de la couche perturbée et ainsi d'optimiser les expériences de tracé de profil de défauts par canalisation et bombardement ionique.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

/1/ A. BONTEMPS et E. LIGEON - Note C.E.A - N - 1492, 1971.

/2/ G. AMSEL et al. - Nucl. Instr. and Meth. 92, 1971, p. 481 - 498.

/3/ G. AMSEL et al. - J. Appl. Phys. 39, 1968, p. 2246 - 2255.

/4/ Ph. ALBERT - Le Vide, 141, 1969, p. 149.

/5/ J.N. BARRANDON et Ph. ALBERT - Rev. Phys. Appl. 3, 1968, p. 111.

/6/ E. LIGEON et al. - Rapport C.E.A. 4095, 1970.

/7/ E. LIGEON et al.- Communication au Colloque de Micro-électronique avancée, Paris, 6-10 Avril 1970, Ed. Chiron, Paris, p.50.

/8/ G. CARTER et J.S. COLLIGON - *Ion Bombardment of Solids* - London, Heinemann Educational Books, Ltd, 1968.

/9/ E. LE GRIVES - Première Conférence Internationale sur les Sources d'Ions, Saclay, 1969, p. 471.

/10/ K.J. HILL, R.S. NELSON et R.J. FRANCIS - Première Conférence Internationale sur les sources d'ions - Saclay, 1969, p. 413.

/11/ G. BROWN et M.L. RENTON - Nucl. Instr. and Meth. 92, 1971, p. 477 - 480.

/12/ O. ALMEN et G. BRUCE - Nucl. Instr. and Meth. 11, 1961, p. 257 - 278.

/13/ N. LAEGREID et G.K. WEHNER - J. Appl. Phys. 32, n°3, 1961, p. 365.

/14/ D. ROSENBERG et G.K. WEHNER - J. Appl. Phys. 33, n° 5, 1962.

/15/ N. COLOMBIE - Thèse présentée à la Faculté des Sciences de l'Université de Toulouse, 1964.

/16/ O. ALMEN et G. BRUCE - *Electromagnetic Separation of Radioactives Isotopes* - Vienne, Mai 1960, p. 227.

/17/ P.K. ROL, J.M. FLUIT, J. KISTEMAKER - *Electromagnetic Separation of Radioactives Isotopes* -Vienne, mai 1960, p. 207.

/18/ G.K. WEHNER - Journal of Applied Physics 30, 1959, p. 1762.

/19/ V.A. MOLCHANOV et V.G. TEL'KOVSKY - Izv. Akad. Nauk. SSSR. Ser. Fiz. 26
/20/ p. 1359 - Traduction anglaise dans Bull. Acad. Sci. USSR Phys. Ser. 26 1963, p. 1381.

/21/ G.K. WEHNER - Phys. Rev. 108, p. 35 et 93, 1954, p. 633.

/22/ R.V. STUART et G.K. WEHNER - Phys. Rev. Letters 4, 1960, p. 409.

/23/ R.V. STUART et G.K. WEHNER - J. Appl. Phys. 33, 1962, p. 2345.

/24/ H.G. SCOTT - J. Appl. Phys. 33, 1962, p. 2011.

/25/ M.W. THOMSON et R.S. NELSON - Phil. Mag. 7, 1962, p. 2015.

/26/ M.W. THOMSON - Phil. Mag. 7, 1968, p. 377.

/27/ F. GRÖNLUND et W.J. MOORE - J. Chem. Phys. 32, 1960, p. 1540.

/28/ P.K. ROL, J.M. FLUIT et J. KISTEMAKER - Physica 26, 1960, p. 1000.

/29/ C.E. RAMER et al. - J. Appl. Phys. , 35, 1964, p. 1673.

/30/ G.K. WEHNER et D. ROSENBERG - J. Appl. Phys. 31, 1960, p. 177.

/31/ G.K. WEHNER - Phys. Rev. 102, 1956, p. 690.

/32/ R.J. MAC DONALD - Rad. Effects, 3, 1970, p. 131.

/33/ V.E. DUBINSKII et S.Ya. LEBEDEV - Soviet Physics Solid State, 12 n° 8, 1971, p. 1834.

/34/ H. SOMMERFELDT, E.S. MASHKOVA et V.A. MOLCHANOV - Physics Letters - Vol. 38 A, n° 4, 1972, p. 237.

/35/ R.J. MAC DONALD - Advances in Physics, 80, 1970, p. 457.

/36/ L.T. CHADDERTON et al. Rad. effects, 13, 1972, p. 75 - 86.

/37/ R.H. SILSBEE - J. Appl. Phys. 28, 1957, p. 1246.

/38/ R.S. NELSON - *The observation of atomic collisions in crystalline solids* - North-Holland Publishing Company, 1968.

/39/ F. KEYWELL - Phys. Rev. 87, 1952, p. 100 et 97, 1955, p. 1611.

/40/ D.T. GOLDMAN et A. SIMON - Phys. Rev. 111, 1958, p. 383.

/41/ M. W. THOMSON - Phil. Mag. 18, 1968, p. 377.

/42/ P. SIGMUND - Phys. Rev. 184, n° 2, p. 383.

/43/ R. GERBIER - Cours de Technique du Vide (Tome 1 et 2).

/44/ Ch. BIGUENET - Journées de Technologie du Vide - Versailles 30 Mai - 3 Juin 1972, p. 183.

/45/ P.A. REDHEAD, J.P. HOBSON et E.V. KORNELSEN - *The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum* - Chapman et Hall 1968.

/46/ G.A. BOUTRY - Physique appliquée aux industries du vide et de l'électronique - Ed. Ribert-Paris, 1959.

/47/ R. PAPOULAR - *Phénomènes électriques dans les gaz* - Dunod, 1963.

/48/ A.W. HULL - Physical Review 18, 1921, p. 31.

/49/ N. FELICI - *Introduction à l'optique corpusculaire*, Paris Gauthier-Villars, 1965.

/50/ E. LIGEON et al. - Communication aux réunions internationales sur l'Analyse par activation - Saclay, 2-8 Octobre 1972.

/51/ J. LINDHARD, M. SCHARFF, H.E. SCHIOTT - Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 33, n°14, 1963.

/52/ J.L. COMBASSON - Communication privée.

/53/ K.B. WINTERBORN - Rad. Effects, 13, n° 3 et 4, 1972, p. 215.

/54/ W.S. JOHNSON et J.S. GIBBONS - *Projected Range Statistics in Semiconductors*, 1969, dist. by Standford University Bookstore.

/55/ G. GUERNET - Le Journal de Physique, 29, 1968, p. 9.

/56/ K.V. KARADZHEV et al. - Soviet Journal of Nucl. Phys. 7, n° 2, 1968, p. 170.

/57/ P.J. RILEY - Nucl. Phys. A 96, 1967, p. 641.

/58/ Ph. ALBERT et al. J. Radioanal. Chem. 1, 1968, p. 297 - 311, 389 - 396, 431 - 441.

/59/ C. ENGELMANN - Thèse - Rapport C.E.A. - R-4072.

/60/ M. BOISSIER - Thèse en préparation.

/61/ N. HILLERET - Thèse à paraître.

/62/ J.L. COMBASSON et al. Third International Conference on Ion Implantation and other materials - New-York - 11-14 Décembre 1972.

/63/ N. HILLERET - Communication privée.

/64/ M. BRUEL et al. Communication aux réunions internationales sur l'Analyse par Activation - Saclay, 2-8 Octobre 1972.

/65/ G. CHAMBERT - Thèse en préparation.

/66/ R.J. MAC DONALD et D. HANEMAN - J. Appl. Phys. 37, n° 4, 1966, p. 1609 et 37, n° 8, p. 3048.

/67/ J.W. MAYER, L. ERIKSSON et J.A. DAVIES - *Ion Implantation in Semiconductors* Academic Press New-York and London 1970.

VU

GRENOBLE, le

Le Président de la Thèse

A. MOUSSA

Vu

GRENOBLE, le

Le Président de l'Université
Scientifique et Médicale

M. SOUTIF